



Sıcak Presleme Yöntemi Kullanılarak Kompozit Malzemelerin Üretilirliği Üzerine Bir Değerlendirme

An Evaluation on the Reproducibility of Composite Materials Produced

Engin Nas^{1*}, Hasan Gökkaya², Gökhan Sur³

¹Düzce Üniversitesi, Cumayeri Meslek Yüksekokulu, Endüstriyel Kalıpcılık Bölümü, 81700, Cumayeri, Düzce

²Karabük Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Konstrüksiyon ve İmalat Anabilim Dalı, 78050, Karabük

³Karabük Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Mekanik Anabilim Dalı, 78050, Karabük

Özet

Araştırmacılar, endüstriyel malzemelerin dayanım özelliklerini, gün geçtikçe artan endüstriyel beklentileri karşılamak amacıyla, sürekli geliştirme çalışmalarına devam etmektedirler. Bu çalışmaların birçoğu; kompozit malzemelerin (KM) geliştirilmesi üzerinedir. Bu malzemeler, günümüzde geleneksel malzemelerden ayrı düşünülemez bir malzeme grubunu oluşturmaktadır. Kompozit; metal, seramik, plastik ve refrakter gibi geleneksel malzeme gruplarına, çoğunlukla fiber, kılcal kristal, pulcuk, parçacık vd., formlarda takviye elemanı ilavesiyle elde edilen karma yapılu bir malzemedir. Kompozit malzemelerin genel üretim yöntemleri, ana fazın hal durumuna bağlı olarak sıvı, katı ve katı-sıvı hal olmak üzere üç ana grupta toplanır. Günümüzde, katı hal üretim tekniklerinden toz metalürjisi (TM) kompozitlerin üretiminde yaygın kullanım alanına sahiptir. Bu çalışmada, toz metalürji üretim tekniğinde kullanılan sıcak presleme (SP) yönteminin, kompozit malzemelerin üretilebilirliği üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir.

Anahtar Sözcükler: Toz metalürjisi, Sıcak presleme, Kompozit

Abstract

Researchers unceasingly continuing to improve the strength features of industrial materials to meet day to day increasing industrial needs. Most of these studies are on the improvement of composite materials. These materials constitute a group of materials which can not be separated from traditional ones. Composite is a mixed-structured material which is created by the addition of fiber, whisker, flake, particle etc to traditional materials like metal, ceramic, plastic and refractor. Composites are reproduced in three ways depending on anaphases' state; liquid, solid and solid-liquid. Today, powder metallurgy- one of the solids fabrication techniques- is commonly used for the production of composites. In this study, the effects of hot pressing method used in powder metallurgy on the reproducibility of composites are evaluated.

Keywords: Powder metallurgy, Hot press, Composites

1. Giriş

Toz metalürji üretim tekniği adı üzerinde toz boyutundaki malzemelerin, çeşitli tekniklerle bir araya getirilmesini kapsamaktadır. Bu üretim tekniği, ürünü son formunda veya son formuna çok yakın ebatla, genelde ikincil bir imalat tekniğinin (talaşlı imalat) uygulanmasına gereksinimi olmayan veya azaltılmış, şekilde üretilebilmesini sağlar. TM üretim tekniği, geleneksel malzeme tozlarının bir araya getirilerek işe yarar ürün haline getirilmesinde kullanıldığı gibi kompozit malzemelerde üretiminde kullanılabilir. Özellikle sementit karbür kesiciler-

rin üretiminde kullanılabilen yegâne üretim tekniğidir (Ekici 2012). Yöntemin uygulanmasına ilişkin şematik resim Şekil 1'de gösterilmiştir. Şekil 1'de matris ve takviye fazı tozları karıştırılarak istenilen şekildeki kalıba dökülür. Kalıba dökülen tozların bağlanması için pres uygulanır.

Tozların bağlanmasını kolaylaştırmak amacıyla, sıkıştırılmış tozlara ergime sıcaklığının altında katı-faz difüzyonunun gerçekleşmesi için yeterli yüksek sıcaklıkta ısı işlem uygulanır (Torralba vd. 2003, Tekmen 2006).

Sıcak presleme, yüksek performanslı malzemeler ve sinterleme davranışı zayıf olan malzemelerin üretilmesi için uygun bir yöntemdir (Upadhyaya 2002). Ayrıca, sıvı

*Sorumlu yazarın e-posta adresi: engin@duzce.edu.tr

faz yöntemi ile üretilmeyen malzemelerin üretiminde kullanılmakta olup, birçok oksit ve karbür seramiklerin (Al_2O_3 , SiC, B_4C v.d.) açık atmosfer ortamında grafit kalıplarda veya yüksek sıcaklıklara dayanabilen sıcak iş takım çeliklerinden üretilen kalıplarda SP tekniği ile üretilmektedir (Upadhyaya 2002, HPP 1998, Kingery vd. 1976).

SP' nin geleneksel toz konsolidasyonuna göre birçok avantajı mevcuttur. Bu avantajlar;

- Tek bir operasyon ile tozların preslenmesi
- Presleme ve sinterlenme işleminin aynı anda gerçekleştirilmesi
- Sıcaklık ve basıncın eş zamanlı olarak uygulanması
- Kullanım alanı geniş olan sert iş malzemelerinin teorik yoğunluğuna ulaşılması (HPP 1998)
- Düzgün iç yapılı malzemelerin üretilmesi
- Düşük maliyetli olmasıdır (Kaya 1999).

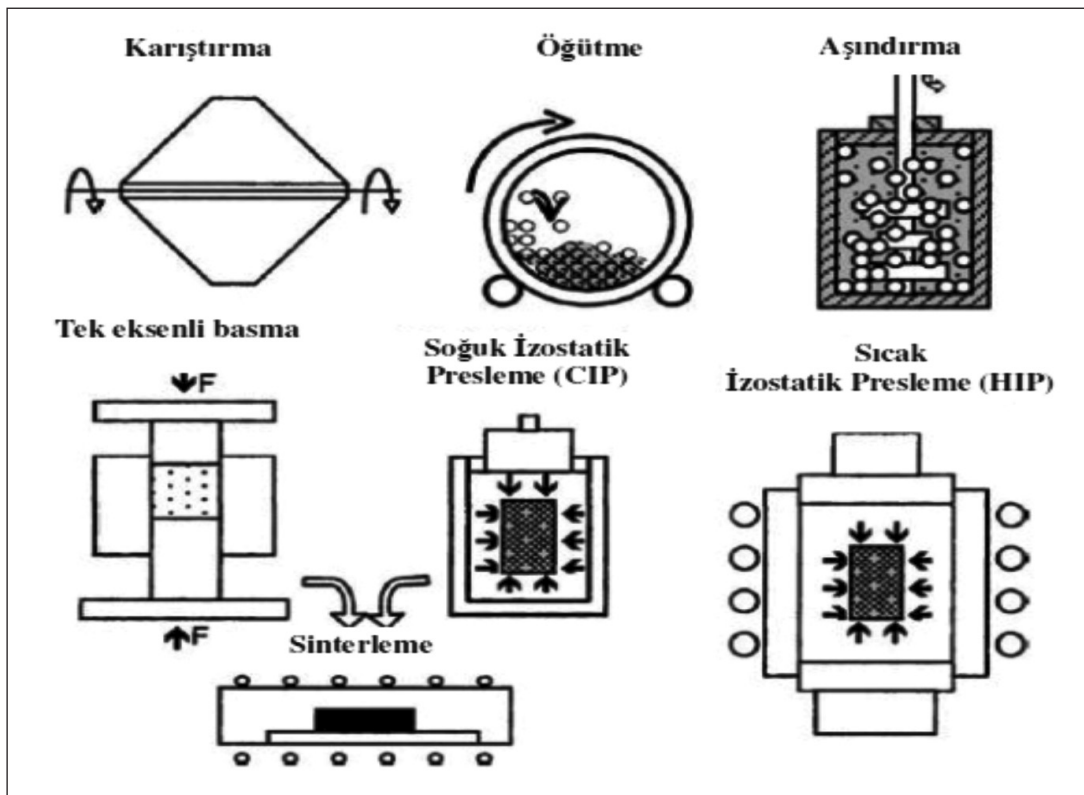
SP tekniğinin kullanıldığı başlıca uygulama alanları ise;

- Hafif kompozitler
- Manyetik kayıt başları
- Aşınmaya dirençli malzemeler
- Titanyum havacılık yapıları

- Yüksek performans manyetikleri
- Yarı iletken kaplama hedef malzemeleri
- Yapay implantlar
- Zırh delici malzemelerin üretilmesinde kullanılması gibi sıralanabilir (Ergün 2006).

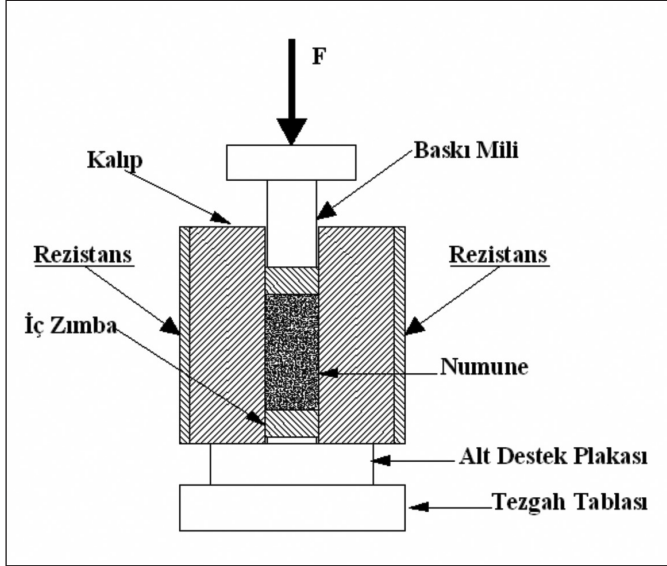
SP tekniğinde presleme işlemi tek hareketli zımba veya çift hareketli zımba ile yapılabilmektedir (Köksal 2004). SP tekniği ile kompozit malzeme üretmek için tasarlanmış tek eksen hareketli zımba ve kalıp sistemi Şekil 2' de gösterilmiştir.

Sistemde alt destek plakası sabit olabilmektedir. Kuvvet genellikle üst zımba ile hidrolik bir sistem tarafından uygulanmaktadır. Uygulanan kuvvet her ne kadar eksenel ise de kalıp yüzeylerinde meydana gelen sürtünme nedeniyle merkezden yanlara doğru değişen bir dağılım göstermektedir. Buna bağlı olarak meydana gelen eksenel ve radyal yönler arasındaki gerilim farkı, toz yüzeylerinin bozulmasına neden olan bir kayma bölgesi oluşturmaktadır. Kalıp malzemesi olarak genellikle yüksek sıcaklıkta mukavemeti fazla olan grafit kullanılmaktadır. Grafit dışında kullanılan kalıp malzemeleri tungsten karbür ve bor nitrürdür (Öğünç 2006, Cura 2002). SP tekniği ile kompozit malzeme üretiminin fotoğraf görüntüsü Şekil 3' de gösterilmiştir (Dikici vd. 2009).



Şekil 1. Toz metalürjisi yöntemi ile KM üretim yöntemi görüntüsü (Torralba vd. 2003, Tekmen 2006).

SP tekniğinde basınç ve sinterleme işlemi bir arada yapıldığından ayrı bir sinterleme işlemi gerektirmemektedir. Ayrıca düzgün iç yapılı malzemeler, yüksek yoğunluk, düşük maliyet, oksitlenmeyen seramiklerin yapılması SP tekniğinin avantajları arasındadır (Somunkıran vd. 2011, Kaya 1999). Sıcak presleme yönteminin dezavantajı ise sürecin yavaş işlemesi ve kullanılan kalıp aksamı nedeniyle sıcaklık kontrolünün zorluğudur.



Şekil 2. Tek eksen hareketli zımba ve kalıp sistemi kesit görüntüsü.

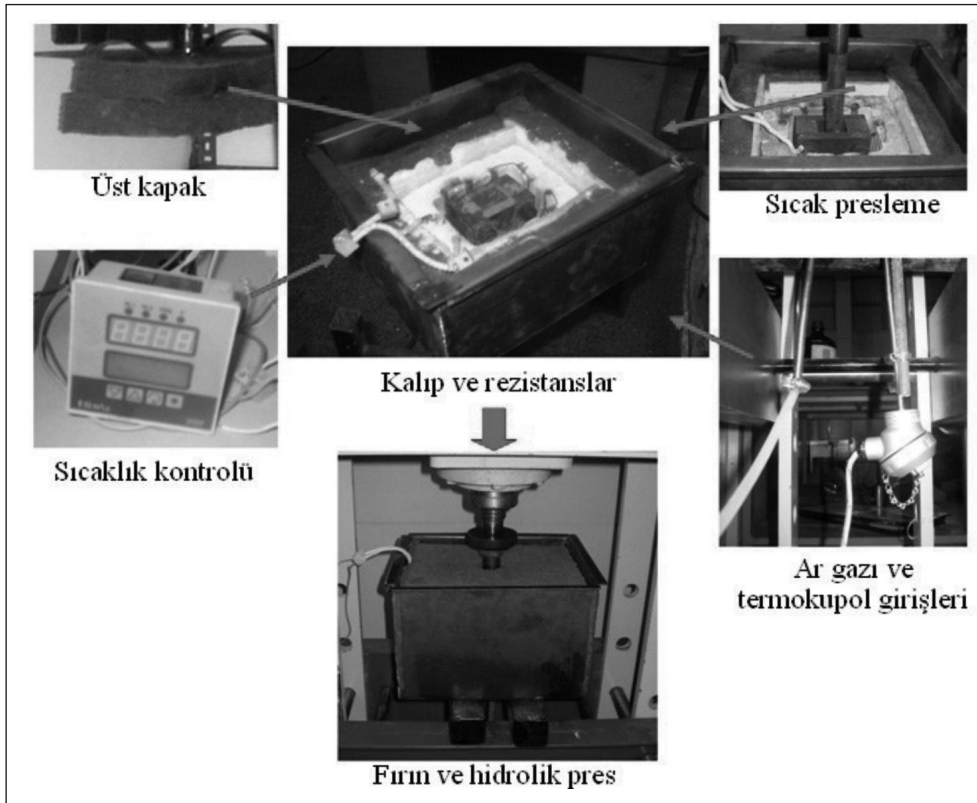
TM ile KM üretiminde kullanılan SP yönteminde ısıtma işlemi üç farklı şekilde uygulanmaktadır. Bunlar;

1. Endüksiyonla ısıtma,
2. Direkt ısıtma,
3. Endirekt ısıtmadır.

2. Sıcak Presleme İşleminde Kullanılan Kalıp Isıtma Teknikleri

2.1. Endüksiyonla Isıtma Sistemi

Bu işlemde ısıtma, kalıbın etrafına bobinin sarılması ve yüksek frekanslı elektromanyetik alanın oluşması ile gerçekleşmektedir. Bu sistemin avantajı bobine gelen manyetik alanın ve kalıba gelen baskının birbirinden bağımsız olmasıdır. Dezavantajı ise, akımın sürekli düzgün bir frekansta gelmesi için bir jeneratör gerekli olmasıdır. Manyetik alan kalıp içerisine 0.5-3 mm arasında nüfuz edilebilmektedir. Bu nedenle, kalıbın termal iletkenliği de bu işlemin gerçekleştirilmesinde önemli rol oynamaktadır. Kalıp ve kalıbı saran bobinin arasında kalan boşluk kalıp etrafında oluşan ısı dağılımı açısından oldukça önemlidir. Endüksiyon ile ısıtmada diğer bir problem ise ısıtma hızıdır. Çok yüksek ısı oranı kalıba zarar verebilir ve kalıp yüzeyi ile kalıp merkezi arasında sıcaklık farkının oluşmasına neden olabilir. Endüksiyon ile ısıtma sistemi görüntüsü Şekil 4'de gösterilmiştir.



Şekil 3. SP tekniği ile kompozit malzeme üretiminin fotoğraf görüntüsü (Dikici2009).

2.2. Direkt Isıtma Sistemi

Direkt ısıtma yönteminde kalıp doğrudan elektriğe bağlanmaktadır. Kalıp ve toz parçalarının elektriğe karşı direnci kalıpta ısıya dönüşmektedir. Bu işlemler, yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Bu sistem ile yüksek performanslı seramik parçaların (B_4C , TiB_2 , $SiAlON$) üretimi gerçekleştirilmektedir. Bu işlem yüksek ısıtma hızları gereken uygulamalar için uygundur. Direkt ısıtma sisteminin kesit görüntüsü Şekil 5’de gösterilmiştir.

2.3. Endirekt Isıtma Sistemi

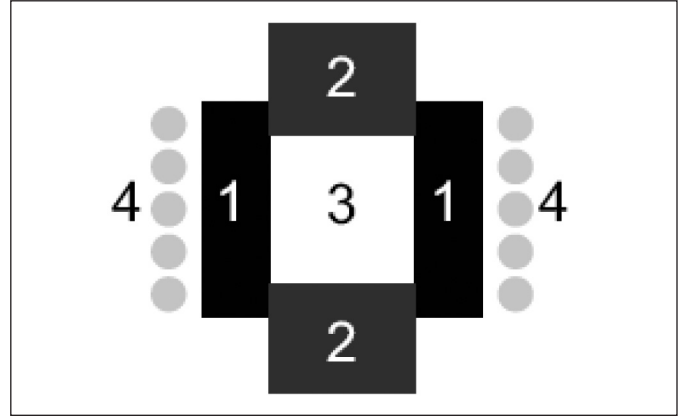
Endirekt ısıtma sisteminde kalıp, ısıtıcı bir sistemin içerisinde yerleştirilerek sistem tarafından ısıtılmaktadır. Isıtıcı sistemde ısı kaynağı elektrik akımı ile sağlanmaktadır. Endirekt ısıtma sisteminin diğer iki tekniğe göre avantajı yüksek sıcaklıklara ulaşma imkânı sağlamasıdır. Endirekt ısıtma sistemi kesit görüntüsü Şekil 6’da gösterilmiştir.

3. Presleme ile Kompozit Malzemelerin Üretilirliği Üzerine Yapılan Çalışmalar

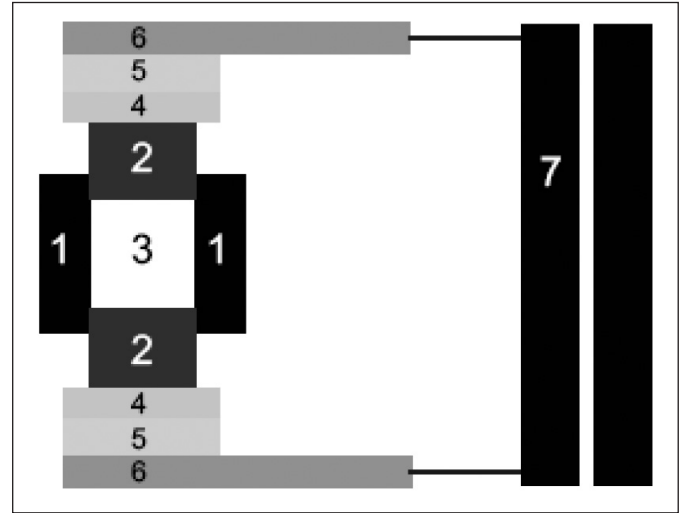
3.1. Metal Matrisli Kompozit (MMK) Malzemelerin Üretilirliği Üzerine Yapılan Çalışmalar

Endüstrinin birçok alanında özellikle otomotiv ve ulaşım sanayisinde son zamanlarda dikkat çeken çalışmalar, ulaşım araçlarının ya da kullanılan materyallerin ağırlığının azaltılması yönündedir. Bu sayede enerjinin verimli kullanılması sağlanarak, çevre kirliliği ve ülke ekonomisine katkıda bulunulacağı düşünülmektedir. Bu çalışmalar, özellikle 1970’li yıllardan bu yana MMK’lerin dizel motor pistonlarında, biyel kollarında, şaft gibi hareket iletim yerlerinde, silindir gömleklerinde ve fren disklerinde kullanılmaları ve düşük yoğunluklarına karşı sergiledikleri yüksek dayanım özellikleri nedeniyle hız kazanmıştır (Sur 2008, Hyo vd. 2001). Bu amaçla kompozit malzemelerin üretimleri ile ilgili yapılan çalışmalardan bazıları aşağıda özetlenmiştir.

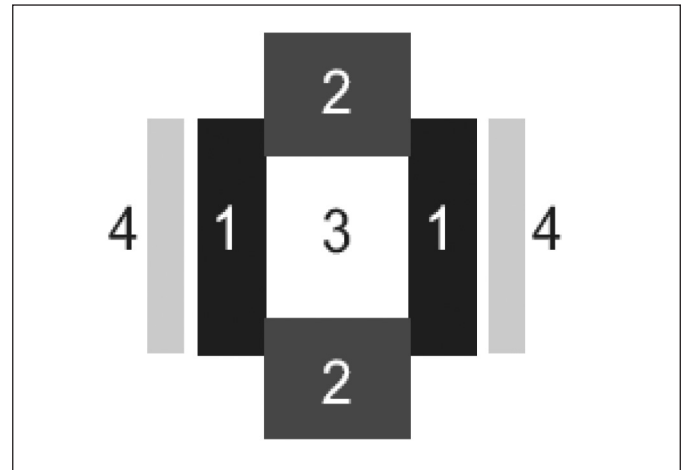
Orhan ve arkadaşları, gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiş % 99 saflıktaki Al (64 μm) tozunu matris, % 99 saflığa sahip B_4C (46 μm) tozunu ise takviye elemanı olarak kullanmışlardır. Üretilen MMK malzemenin içerisine B_4C tozu ağırlıkça % 10, 20, 30 oranında eklenmiştir. Hazırlanan toz karışımları 1200 dev/dak hız ile dönen bir karıştırıcı ile 1.5 saat boyunca karıştırılmıştır. Karışımı tamamlanan tozlar ($Al-B_4C$) ilk olarak 550 MPa basınç altında soğuk izostatik presleme işlemiyle kalıp içerisine kalıplanmıştır. Üretilen MMK malzeme kalıp içerisinden çıkarılmadan SP tekniği kullanılarak poroziteyi minimuma indirmek ve takviye elemanı olan B_4C ’nin homojen dağılımını sağlamak için 600 °C sıcaklıkta 2 saat süre ile sinterleşmişlerdir. SP işlemi 300



Şekil 4. Endüksiyonla ısıtma sistemi (1. Silindirik kalıp, 2. Alt ve üst baskı plakası, 3. Toz parçacıkları, 4. Endüksiyon bobini).



Şekil 5. Direk ısıtma sistemi (1. Silindirik kalıp, 2. Alt ve üst baskı plakası, 3. Toz parçacıkları, 4. Grafit elektrot, 5. Princi elektrot, 6. Bakır levha, 7. Transformatör).



Şekil 6. Endirekt ısıtma sistemi (1. Silindirik kalıp, 2. Alt ve üst baskı plakası, 3. Toz parçacıkları, 4. Grafit ısıtma sistemi).

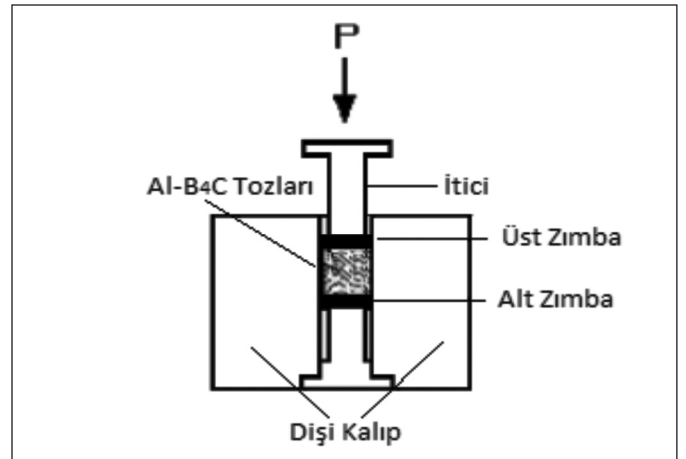
MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. Üretilen MMK malzemelerin metalografik incelemeleri SEM cihazı ile incelenmiştir. Ayrıca üretilen MMK malzemelerin mikro sertlik sonuçları alınıp değerlendirilmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda Al matrisli B_4C takviyeli kompozitin homojen bir dağılım göstererek üretilebilirliği ve ağırlık oranlarına paralel olarak mikro sertlikler de değişim olduğu belirlenmiştir. Kompozit malzeme içerisindeki takviye elemanının artmasıyla mikro sertlik değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Orhan ve arkadaşları tarafından SP tekniği ile üretilen parçanın kalıp sistemi Şekil 7' de gösterilmiştir (Orhan vd, 2007).

Quizhong ve arkadaşları, SP yöntemini kullanarak üretmiş oldukları MMK malzemelerin özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada kullanılan C, B_4C ve SiC toz karışımlarına hacimce farklı oranlarda Al tozu ilave edilmiştir. Deneyler için parçacık boyutu yaklaşık $1.27 \mu m$ B_4C , $0.88 \mu m$ SiC ve $1.34 \mu m$ Al tozu kullanılmıştır. Hazırlanan B_4C , SiC ve Al toz karışımları bilyalı değirmende 8 saat boyunca öğütülmüştür. Karıştırılan tozların hacimce oranları sırasıyla % 70 C, % 19 B_4C ve % 11 SiC olarak belirlenmiş ve C, B_4C ve SiC karışımlarına hacimce farklı oranlarda (0, % 2.5, % 5 ve % 10) Al tozu eklenmiştir. Karıştırma işlemi gerçekleşen tozlar grafit kalıplarda $2000^\circ C$ sıcaklıkta ve 25 MPa basınç altında 30 dakika bekletilerek üretimleri gerçekleştirilmiştir. Deney numunelerinin oksitlenmesini önlemek için SP işlemi esnasında ortama N_2 gazı verilmiştir. Üretilen MMK malzemelerin yoğunlukları Al katkısız olan numune için $1.950 g.cm^{-3}$, % 2.5 Al için $2.103 g.cm^{-3}$, % 5 Al için $2.194 g.cm^{-3}$, % 10 Al için $2.249 g.cm^{-3}$ olarak ölçülmüştür. Yapılan çalışmanın sonucunda yapıdaki Al' nin % miktarı arttıkça kompozitin özelliklerini geliştirdiği ve bu oran arttıkça özelliklerin daha az geliştiği bunun nedeninin ise SP sırasında oluşan $2Al_4C_3$ -SiC fazı ile alakalı olduğu XRD ölçüm cihazı ile yapılan testler sonucunda tespit edildiği belirtilmiştir (Huang vd. 1995).

Meydanoğlu, 7075 Al alaşım matrisli B_4C takviyeli MMK malzemelerin aşınma ve korozyon davranışlarını incelemek için SP tekniğini kullanarak kompozit malzeme üretmiştir. Yaptığı çalışmada ticari 7075 Al tozu ile farklı tane boyutuna ($10 \mu m$, $25 \mu m$, $30 \mu m$ ve $75 \mu m$) sahip B_4C partiküllerini kullanmıştır. SP işlemi $350^\circ C$ 'de 625 MPa basınç altında 2 saat süreyle gerçekleştirmiştir. Sıcak presleme işleminden sonra kompozit malzemeleri her seferinde 90° çevrilerek iki kez $350^\circ C$ 'de çok eksenli preslemeye maruz tutmuştur. Çok eksenli presleme işleminden sonra kompozit malzemelere T6 ısıl işlemi uygulamıştır. Ürettiği kompozit malzemelerin aşınma davranışlarını, disk üzerinde bilya aşınma test cihazında 1N normal yük altında Al_2O_3 ve çelik toplar kullanarak

normal atmosferik koşullarda yapılan aşınma testleri ile hacim kaybı cinsinden belirlemiştir. Uyguladığı T6 ısıl işleminin kompozitlerin aşınma direncini artırdığı ve kompozit malzeme içerisindeki B_4C partikül boyutunun artmasıyla kompozit malzemenin aşınma eğilimi gösterdiğini yaptığı deneysel çalışma ile tespit etmiştir. Meydanoğlu tarafından SP tekniği ile üretilen numunenin kalıp ve pres sisteminin fotoğraf görüntüsü Şekil 8' de gösterilmiştir (Meydanoğlu 2006).

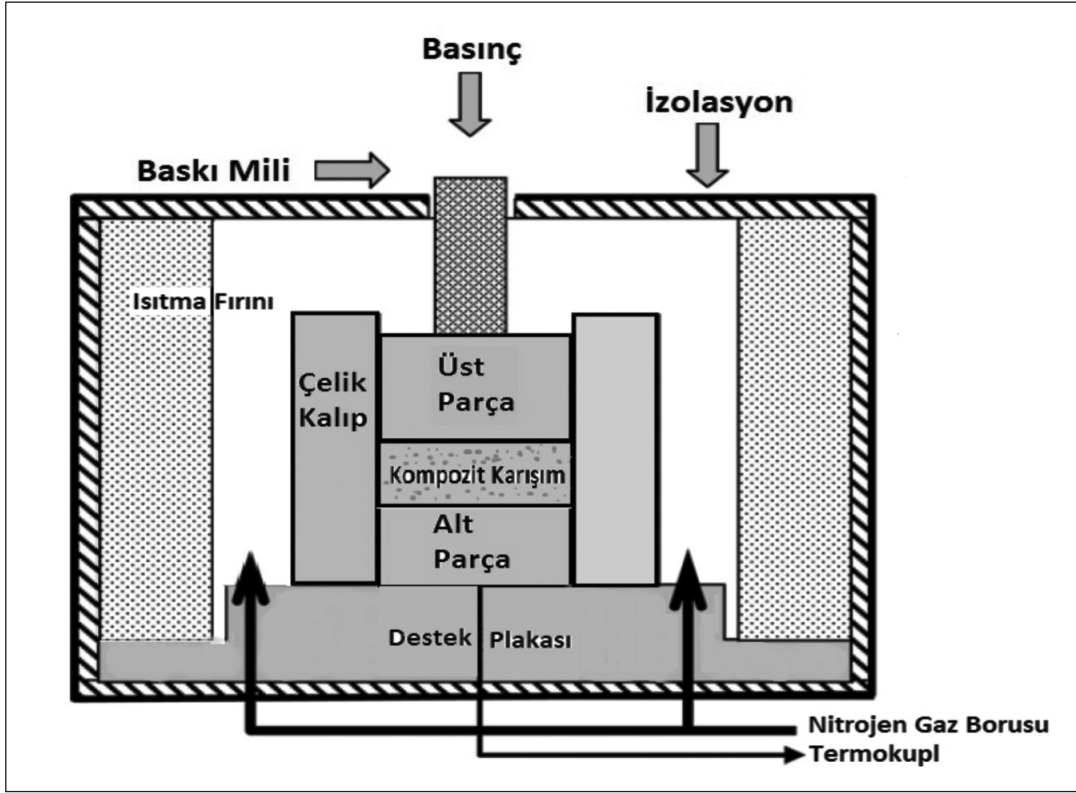
Bedir, yaptığı çalışmada nitrojen atmosferi altında SP tekniği ile üretilen Al-Cu- B_4C_p ve Al-Cu-SiC_p kompozit malzemenin karakteristik özelliklerini incelemiştir. Üretilen kompozit malzemelerde kullanılan tozların parçacık boyutlarını sırasıyla yaklaşık olarak Al için $25 \mu m$, Cu için $63 \mu m$, SiC ve B_4C için $10 \mu m$ seçmiştir. Al matrisli alaşımdaki Cu oranını ağırlıkça % 5 olarak



Şekil 7. Toz Presleme kalıbı görüntüsü (Orhan vd. 2007).



Şekil 8. SP tekniği ile üretilen numunenin kalıp ve pres sisteminin fotoğraf görüntüsü (Meydanoğlu 2006).



Şekil 9. Sıcak presleme işleminin gerçekleştirilmesi (Bedir 2007).

seçmiştir. Üreteceği Al-Cu matrisli SiC takviyeli kompozit malzemede ki SiC ve B_4C oranlarını % 0-10-20-30 olarak belirlemiştir. Hazırladığı toz karışımlarını AISI H13 sıcak iş takım çeliğinden yaptığı 30 x 40 mm ebatlarındaki kalıpta 25 MPa basınç altında sıcaklığın dakikada 20 °C arttığı 600 °C sıcaklıkta nitrojen atmosferi altında üretmiştir. Üretilen kompozit malzemeleri 530 °C sıcaklıkta 24 saat süre ile ısı işleme tabi tutup sonrasında ise 180 °C sıcaklıktaki yağ banyosunda 8-10 saat süre bekleterek en yüksek HB (Brinell Hardness) sertlik değerine ulaştırmıştır. Sonrasında malzemeleri kuru kayma şartlarında oda sıcaklığında 2-4-6-8 ve 10 N yüklerde Pin-on disk tipi aşınma cihazı ile aşınma dirençlerini incelemiştir. Yaptığı çalışmanın sonucunda kompozit malzemedeki takviye elemanlarının hacimce oranı arttıkça aşınma direnci ve sertliklerinin arttığını tespit etmiştir. Bedir tarafından SP tekniği ile üretilen parçanın kalıp sistemi Şekil 9'da gösterilmiştir (Bedir 2007).

Nie ve arkadaşları, mekanik alaşımlama ile üretilen B_4C parçacık takviyeli 2024 Al matrisli kompozit malzemenin ara yüzey karakteri ve mikro yapısını incelemiştir. Çalışmalarında kullanılan 2024 Al alaşımlarının kimyasal bileşimini incelediklerinde içerisinde Cu, Mg, Zn, Mn, Cr, Fe ve Ti içerdiği belirlenmiştir. MMK malzeme içerisinde bulunan (hacimce % 10) B_4C 'nin parçacık boyutu yaklaşık 7 μm , 2024 alüminyum alaşım tozunun

parçacık boyutu ise 24 μm olarak belirlenmiştir. B_4C içerisinde bulunan Fe_2O_3 , SiO_2 ve serbest şekilde bulunan elementlerin etkisini yok etmek için hazırlanan B_4C tozu karıştırma işleminden önce % 5 HF (HidroFlorür) sıvı çözelti içersine daldırılarak 40 saat süre ile bekletilmiştir. Karışımı hazırlanan tozlar çelik kalıplara konularak ilk olarak soğuk pres altında 400 MPa basınç ile basıldıktan sonra sıcaklık 570 °C de 300 MPa basınç altında SP işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlemden sonra üretilen numune 480 °C sıcaklıkta sıcak ekstrüzyon edilmiştir. Üretilen MMK malzemelerin kimyasal analizi tarama elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Yapılan çalışmanın sonunda mikro yapı analizlerinde parlatılan yüzeyler incelendiğinde yüzeyde porozite ve çatlakların olduğu gözlenmiştir. B_4C 'nin yapı içersine homojen bir şekilde dağıldığı belirlenmiştir. Mekanik alaşımlama ile üretilen MMK malzemenin takviye elemanı ve ana faz arasında güçlü bir ara yüzey bağı oluşturduğu belirtilmiştir (Nie vd. 2008).

3.2.Seramik Matrisli Kompozit (SMK) Malzemelerin Üretilebilirliği Üzerine Yapılan Çalışmalar

SMK malzemeler, genelde seramiklerin metaller gibi ikincil yöntemlerle dayanım özelliklerinin geliştirilememesi nedeniyle üretilmektedir. Başka bir ifadeyle saf haldeki seramiklerin tokluğunu ve yüksek sıcaklık dayanımları ile birlikte servis sıcaklık aralığının genişletilmesi amacıyla kompozit olarak üretilmektedirler (Sur

2008, Chan vd. 1993, İnem 1993). Seramik malzemeler, yüksek sıcaklıklara dayanıklılık, kimyasal kararlılık, sertlik, erozyon ve aşınmaya karşı direnç ve hafif olması gibi avantajlarından dolayı yüksek sıcaklık gerektiren uygulamalarda kullanılmaktadır. Ancak, seramik malzemelerin gevrek olmaları nedeniyle mekanik yüklere maruz kaldıklarında düşük tokluk gösterdiklerinden çeşitli alanlarda kullanılmaları sınırlıdır. Bu durumun telafisi seramik matris yapının içerisine çeşitli takviye elemanları katılarak kompozit malzemelerin üretilmesiyle çözülebilmektedir (Eker 2008). Araştırmacılar SMK malzemelerin olumsuz özelliklerinin iyileştirilmesi için sürekli çalışma içerisindeyler. Olumsuz özelliklerin giderilmesine yönünde yapılan literatür çalışması sonucunda elde edilen bulgular aşağıda belirtilmiştir.

Akarsu ve Addemir, SP yöntemi ile üretilen titanyum diborür (TiB_2) katkılı bor karbür (B_4C)-silisyum karbür (SiC) ve TiB_2 katkısız, B_4C/SiC kompozit malzemelerin sertlik, kırılma mukavemeti ve yoğunluk üzerine etkilerini incelemişlerdir. Deneylerde kullanılan tozlar hacimce B_4C/SiC oranı % 1,5 ile % 4 arası değişen B_4C-SiC kompozitlerine hacimce % 0-4 arasında TiB_2 katkısı yaparak bu üçlü toz karışımı bir atritör içerisinde SiC tozları kullanarak 1 saat süre ile karıştırılmıştır. Elde edilen homojen toz karışımlar tek eksenli soğuk presleme ile 200 MPa yük altında preslenmiş ve sonrasında 2250 °C'de 130 MPa basınç ile sıcak preslenmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda kırılma mukavemetleri 369,1 MPa'a kadar değerler alırken en yüksek sertlik değeri 2880 HV olarak ölçülmüştür. Relatif yoğunluk değerlerinin % 89,5-93,55 arasında değiştiği belirlenmiştir. Ayrıca TiB_2 katkılı numuneleri TiB_2 katkısız numuneler ile karşılaştırdıklarında ise TiB_2 katkısının kırılma mukavemeti değerlerini artırdığı ve sertlik değerlerini düşürdüğü belirtilmiştir (Akarsu ve Addemir 2009). Kim ve arkadaşları, SP yöntemini kullanarak üretilen SMK malzemelerin yoğunlukları ve mekanik özelliklerini (sertlik, eğilme dayanımı, elastik modülü, kopma dayanımı) incelemişlerdir. Deneylerde matris elemanı olarak B_4C ve takviye elemanı olarak farklı oranlarda (% 0-5-10) Al_2O_3 tozları kullanılmıştır. Yapılan çalışmada kullanılan B_4C ve Al_2O_3 tozlarının parçacık boyutları yaklaşık 1.33 μm ölçülmüş ve farklı oranlarda hazırlanan toz karışımları bilyalı değirmende 8 saat süre ile karıştırılıp grafit kalıplara konularak (30 mm x 30 mm) argon gazı atmosferinde 2000 °C sıcaklıkta 30 MPa basınç altında 1 saat bekletilerek üretilmiştir. Mekanik testler için farklı oranlarda üretilen numuneler 3 mm x 4 mm x 25 mm ölçülerine getirilmiştir. Üretilen SMK malzemelerin kimyasal bileşenleri XRD cihazı kullanarak karakterize edilmiştir. Kompozit

numunelerin mikro yapıları SEM cihazı kullanılarak incelenmiştir. Elastik modülleri ultrasonik darbe yöntemi ile ölçülmüştür. Kompozit malzemelerin sertlik değerleri Vickers sertlik ölçümü ile 1.96 N yük uygulanarak ölçülmüştür. Eğilme mukavemetlerini çapraz kafa hızı 0.5 mm/dak hız ile çalışan dört nokta eğilme testi ile ölçülmüştür. Kopma dayanımları 15 saniye süre ile alın yüzeylerden girintilenmiş, girinti gücü yöntemi ile 98 N yük uygulanarak ölçülmüştür. Yapılan çalışmanın sonucunda B_4C matrisli kompozit malzemeye Al_2O_3 ' in ilave edilmesi ile üretilen kompozit malzemelerin mikro yapı ve sinterleme davranışının belirgin bir şekilde değiştiği gözlenmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluğunda iyileşme olduğu ve bu iyileşmenin mekanik özellikler üzerinde kayda değer bir artış gösterdiği belirlenmiştir. SMK malzeme içerisindeki Al_2O_3 ' nin hacimce % 5 seviyesine geldiğinde Al_2O_3 ve B_4C arasında ki yüksek ısı uyumsuzluğundan dolayı kopma dayanımı dışında ki diğer mekanik özelliklerin azaldığı yapılan deneysel çalışmalardan tespit edilmiştir (Kim ve Koh 2000).

Deng ve arkadaşları, SP yöntemi ile üretilen $B_4C/(W, Ti)$ C seramik matrisli kompozit (SMK) malzemenin mikro yapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada % 95 saflıkta 3-5 μm boyutlarında B_4C ve % 99 saflıkta 1-2 μm (W, Ti)C tozları kullanılmıştır. Matris malzemesi olarak B_4C kullanılmış ve içerisine ağırlıkça % 10-30-50 oranında (W, Ti)C ilave edilmiştir. Hazırlanan toz karışımları 150 saat süre ile içerisinde alkol bulunan bilyalı değirmende sementit karbür bilyalar ile karıştırılmıştır. Kurutma işlemi gerçekleştirildikten sonra toz karışımları argon atmosferinde 35 MPa sabit basınç altında yaklaşık 2200 °C sıcaklıkta 20-70 dakika bekletilerek üretilmiştir. Numuneler (3 mm x 4 mm x 36 mm) boyutlarında üretilmiş ve üretilen numunelerin yoğunlukları Arşimet metodu kullanılarak ölçülmüştür. Üretilen numunelerin üç nokta çapraz kırılma, eğilme dayanımı, kopma dayanımı ve sertliği incelenmiştir. Malzemelerin sertlik ölçümleri Vickers sertlik ölçme yöntemi kullanılarak 98 N yüklenme ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen malzemeleri sinterleme, öncesinde ve sonrasında XRD ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Sinterlenen malzemelerin mikro yapı incelemeleri SEM cihazı ile incelenmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda üretilen kompozit malzemelerin saf B_4C ile kıyaslandığında mekanik özelliklerinin ve yoğunluklarının iyileştiği belirlenmiştir. En iyi sertlik değerinin ağırlıkça % 50 (W, Ti)C içeren kompozit malzeme olduğu ve (W, Ti)C oranının artmasıyla kopma dayanım ve eğilme dayanım değerinin arttığı belirtilmiştir (Deng vd. 2002).

Jiang ve arkadaşları, SP tekniği kullanılarak üretilen

B₄C/BN (Bor Nitrür) nanokompozitlerinin hazırlanması ve işlenebilirliği üzerine etkilerini incelemişlerdir. Deneylerde kullanılacak olan B₄C tozunun parçacık boyutu 3.5 µm olarak ölçülmüştür. BN kompozitlerinin nano yapıda hazırlanması için borik asit (H₃BO₃) ve üre (CO(NH₂)₂) kullanılmıştır. Üretilen B₄C/BN kompozit malzemesindeki BN oranı ağırlıkça % 0, 10, 20, 30 ve 40 olarak belirlenmiştir. Hazırlanan toz karışımları mekanik karıştırıcı içersine ethanol ilave ederek 24 saat süre ile karıştırılmış ve sonrasında ise yavaş bir şekilde kurutulmuştur. Hazırlanan toz karışımı atmosfer ortamında 550 °C sıcaklıkta 15 saat süre ile bekletilmiş ve sonrasında 850 °C sıcaklıkta N₂ gazı ortamında 6 saat bekletilmiştir. Sonraki işlemde ise toz karışımları 1850 °C sıcaklıkta ve 30 MPa sabit basınç altında N₂ gazı atmosferinde 1 saat süre bekletilerek 3 mm x 4 mm x 30 mm boyutlarında kompozit malzemeler üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin kimyasal bileşenleri için XRD ölçüm cihazı kullanılarak, mikro yapıları ise TEM ve SEM ölçüm cihazı kullanılarak incelenmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunlukları Arşimet prensibi kullanılarak, kopma dayanımı ise üç nokta çapraz kırılma ölçüm cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Kompozit malzemelerin sertlik değerlerini bulmak için Vickers sertlik ölçme yöntemi kullanılarak 49 N yük altında ve 15 saniye bekletilerek ölçülmüştür. Yapılan çalışmanın sonucunda nano boyutlu h-BN partiküllerinin matris içersine homojen bir şekilde dağıldığı belirtilmiştir. Jiang ve arkadaşları tarafından SP tekniği ile üretilip işlenen nanokompozit malzeme fotoğraf görüntüsü Şekil 10'da gösterilmiştir (Jiang vd. 2009).

Liu ve arkadaşı, SP yöntemi ile üretilen B₄C esaslı seramik kompozitlerin aşınma davranışını incelemek için yapmış oldukları çalışmada kullanılan B₄C ve TiO₂ tozlarının parçacık boyutu sırasıyla 3-5 µm ve 1-2 µm olarak temin edilmiştir. Deneylerde kullanılacak malzemeler ağırlıkça 4 farklı oranda üretilmiştir. Üretilen malzemeler saf B₄C (ağırlıkça % 100 B₄C), NT1 (ağırlıkça % 96 B₄C ve % 4 TiO₂), NT2 (ağırlıkça % 92 B₄C ve % 8 TiO₂) ve NT3 (ağırlıkça % 88 B₄C ve % 12 TiO₂) olarak adlandırılmıştır. Karışımı hazırlanan tozlar bilyalı değirmende sementit karbür bilyalar ile değirmene ilave edilen alkol içersinde 100 saat karıştırılmıştır. Karışımı tamamlanan tozlar hidroklorik asit içersinde tekrar yıkanmıştır. Karıştırma işleminden sonra toz parçacıklarının boyutu yaklaşık 1.5 µm olarak ölçülmüştür. Kurutma işlemi tamamlanan tozlar grafit kalıp içersine yerleştirilerek N₂ gazı atmosferinde 35 Mpa basınç altında 1900 °C sıcaklıkta 50 dakika bekletilerek 50 mm çapında ve 6 mm genişliğinde üretilmiştir. Malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için malzemeler (3 mm x 4 mm

x 36 mm) boyutlarına getirilmiştir. Üç nokta çapraz kırılma testleri uygulanarak kopma dayanımları ve eğilme dayanımları ölçülmüştür. Üretilen kompozit malzemelerin sertlik değerleri Vickers sertlik ölçme yöntemi kullanılarak 9.8 N yük altında 5 saniye bekletilerek ölçülmüştür. Mikro sertlik değerleri ise Vickers mikro sertlik ölçüm yöntemi kullanılarak 196 N yük altında 30 saniye bekletilerek ölçülmüştür. Mekanik özellikleri belirlenen malzemelerde en iyi değeri NT2 adlı kompozit malzeme gösterirken en kötü değerler % 100 saf B₄C ile elde edilmiştir. Üretilen NT2 adlı kompozit malzemenin XRD görüntüleri incelendiğinde B₄C ve TiO₂ arasında gerçekleşen bir reaksiyon olduğu belirlenmiştir. Üretilen malzemelerin aşınma deneyleri abrasif hava jeti ile gerçekleştirilmiştir. Bu işlem için aşındırıcı partikül olarak 150-180 µm boyutlarında SiC tozları kullanılmıştır. Aşınma deneyleri için nozul kompozit malzeme üzerinden 10 mm yükseklikte tutularak gerçekleştirilmiştir. Nozul kompozit malzeme üzerinde farklı açılarda (15°, 30°, 45°, 60°, 75° ve 90°) ve nozulun ucundan farklı hızlarda (30, 45, 60 ve 75 m/s) partiküller çıkarak malzeme üzerinde oluşan aşınmalar incelenmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda B₄C esaslı seramik kompozit sıcak presleme yöntemi ile üretilirken TiB₂ ile reaksiyona girdiği gözlenmiştir. Aşınma testleri için NT2 kompozit malzeme en iyi aşınma direncini gösterirken en az aşınma direncini saf olarak üretilen B₄C de olduğu yapılan deneylerden elde edilen grafiklerde belirtilmiştir. Nozulun duruş açısı 90° olarak konumlandırıldığında malzeme üzerinde gerçekleşen aşınma miktarının en yüksek değerde olduğu ve 30° olarak konumlandırıldığında ise en az etkiyi gösterdiği belirtilmiştir (Liu ve Sun 2010).

Jianxin ve Junlong, SP tekniği kullanılarak üretilen B₄C esaslı seramik nozulun aşınma performansını incelemiştir. Yapılan çalışmada kullanılan B₄C, Al₂O₃ ve TiC tozlarının parçacık boyutları sırasıyla B₄C için 3-5 µm, Al₂O₃ ve TiC için ise 1-2 µm olarak belirlenmiştir. Aşınma deneyleri için B₄C esaslı beş farklı oranda kompozit malzeme üretilmesi planlanmıştır. Üretilen malzemeler BA0, BAT05, BAT10, BAT15, BAT20 olarak adlandırılmıştır. Adlandırılan malzemelerde B harfi B₄C' yi A harfi Al₂O₃' u T harfi TiC' i simgelemekte ve rakamlar ise TiC' in yüzde miktarını göstermek için kodlanmıştır. Üretilen malzeme içersindeki Al₂O₃' ün oranı ise B₄C' nin ağırlıkça 18:1' dir. Karışımı hazırlanmak üzere tozlar bilyalı değirmende alkol içersinde 150 saat sementit karbür bilyalarile karıştırılmıştır. Karışımı hazırlanan tozlar kurutma işleminden sonra 35 MPa basınç altında argon gazı atmosferinde 2150 °C sıcaklıkta 60-65 dakika bekletilerek SMK malzemeler üretilmiştir.

Üretilen malzemelerin yoğunlukları Arşimet yoğunluk ölçme yöntemi ile belirlenmiştir. Malzemelerin mekanik özelliklerini belirlemek için kompozit malzemeler (3 mm x 4 mm x 36 mm) ölçülerine getirilerek üç nokta çapraz kırılma testlerine tabi tutulmuştur. Malzemelerin sertlikleri Vickers sertlik ölçüm yöntemi ile malzeme üzerine 98 N yük uygulanarak belirlenmiştir. $B_4C/Al_2O_3/TiC$ kompozitlerinden SP tekniği ile üretilen nozullar aşınma deneyleri için içerisinde aşındırıcı partikül olarak SiC tozu kullanılarak abrasif jet hava yöntemi kullanılarak geçirilmiştir. SiC tozları SMK nozul içerisinde 60 m/s hız ile geçerek nozullarda oluşan aşınmalar incelenmiştir. Jianxin ve Junlong tarafından SP yöntemi ile üretilen nozulların fotoğraf görüntüsü Şekil 11' de gösterilmiştir.

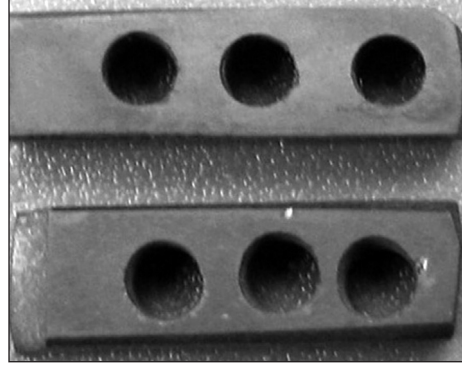
Yapılan çalışmanın sonucunda üretilen nozullarda ki en iyi mekanik özellikleri % 10 TiC içeren kompozit malzemedeki olduğu en kötü mekanik özelliklerin ise BA0 adlı seramik kompozit malzemedeki olduğu mekanik testler ile gözlemlendiği belirtilmiştir. Nozul malzemesinin sertlik değerinin artması ile nozulun aşınma direncinin arttığı, yapılan deneyler sonucunda elde edilen grafiklerde belirtilmiştir. En iyi aşınma direncinin BAT10 adlı nozulda görüldüğü en kötü aşınma direncinin ise BA0 adlı nozulda olduğu belirtilmiştir (Jianxin ve Junlong 2008).

3.3. MMK ve SMK Malzemelerin Üretim ve Mekanik Özellikleri ile İlgili Çalışmaların Değerlendirilmesi

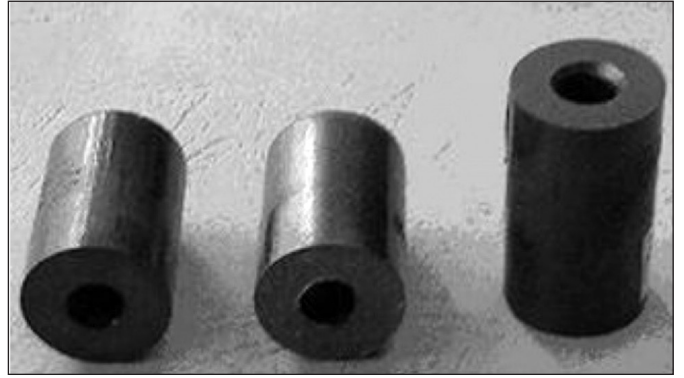
SP tekniği kullanılarak yapılan çalışmalar değerlendirildiğinde; üretilen malzemelerin içerisinde bulunan takviye elemanlarının yapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı ve takviye elemanın yapı içerisinde artmasıyla aşınma direnci ve mikro sertlik değerlerinin arttığı partikül boyutlarının artması ile kompozit malzemenin aşınma eğilimi gösterdiği belirlenmiştir. MMK malzeme içerisinde ki takviye elemanının hacimce artmasıyla mekanik özelliklerin kritik bir orana kadar iyi yönde geliştiği, fakat kritik oranı geçtikten sonra mekanik özelliklerin olumsuz yönde geliştiği gözlenmiştir. SMK malzeme içerisinde ki takviye elemanın artması ile mekanik özelliklerin belli bir orana kadar olumlu bir davranış sergilediği ve kritik bir orandan sonra mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilediği tespit edilmiştir.

4. Değerlendirme ve Öneriler

- SP tekniği kullanılarak üretilen MMK ve SMK malzemelerin üretilirliğine ve üretilen malzemelerin iç yapısının homojen bir şekilde oluştuğu,
- Farklı basınç ve sinterleme sıcaklıklarda SP tekniği ile MMK malzemenin üretilirliğine,



Şekil 10. Jiang ve arkadaşları tarafından SP tekniği ile üretilip işlenen nanokompozit malzeme görüntüsü (Liu ve Sun 2010).



Şekil 11. Jianxin ve Junlong tarafından SP tekniği ile üretilen nozul görüntüsü (Jianxin ve Junlong 2008).

- Deney numunelerini oksitlenmeye karşı önlemek için SP işlemi esnasında ortama argon veya azot gazının verilebileceği,
- SP işleminde üretilen malzeme üzerine uygulanan basıncın tek eksenli veya iki eksenli uygulanabileceği,
- SP tekniği kullanılarak sadece mikron boyutlarda toz parçacıkları ile kompozit üretimi değil aynı zamanda nano boyutlu toz parçacıkları kullanılarak da KM üretilirliğine,

Farklı koşullarda yapılan SP işleminin üretilen malzemelerin mikro yapı ve mekanik özellikleri üzerinde etkisinin malzeme üzerinde olumlu veya olumsuz yönde etki ettiği deney sonuçlarından faydalanılarak tespit edilmiştir.

5. Kaynaklar

- Akarsu, C. A., Addemir, O. 2009. Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Bor Karbür-Silisyum Karbür Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi"IV. Uluslararası Bor Sempozyumu, IV International Boron Symposium, 15-17 /Ekim/ October, Eskişehir-TURKEY.
- Bedir, F. 2007. Characteristic Properties of Al - Cu - B_4C_p and Al - Cu - SiC_p Composites Produced By Hot Pressing Method Under Nitrogen Atmosphere. *Materials and Design* 28, 1238 - 1244.

- Chan, RW., Haasen, P., Kramer, EJ. 1993.** Structure and Properties of Composites. *Materials Science and Technology*, 13., 1-339s.
- Cura, M.E. 2002.** Sıcak Preslenmiş WC-Co/B₄C Kompozitlerinin Mekanik, Manyetik ve Mikro Yapısal İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Deng, J., Zhou, J., Feng, Y., Ding, Z. 2002.** Microstructure and Mechanical Properties of Hot-Pressed B₄C/(W,Ti)C Ceramic Composites. *Ceramics International* 28, 425-430s
- Dikici, B. Bedir, F., Gavgalı, M. 2009.** Al-Cu/Al₂O₃ In-Situ Kompozitler: Sinterleme Sıcaklığının Etkisi. 11. *Otomotiv Sempozyumu 'Kalıplılık ve Tasarım Bildirileri*, TMMOB.
- Eker, AA. 2008.** Kompozit Malzemeler Ders Notu. Yıldız Teknik Üniversitesi.
- Ekici, E. 2012.** Alüminyum Esaslı Karma Takviyeli Kompozitlerin Farklı Takviye Elemanı Tipleriyle Üretilmesi, Mekanik Özellikleri ve Frezede İşlenebilirliğinin İncelenmesi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, 27-55.
- Ergün, N. 2006.** Bor Karbür-Silisyum Karbür Kompozitlerinin Reaktif Sıcak Presleme İle Üretilmesi. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi İstanbul, 71s.
- http://en.wikipedia.org/wiki/Hot_pressing
- http://www.rhp-technology.com/downloads/RHP_cHP.pdf
- Huang Q., Tan Q., Yang P., Lu B., Yu H. 1995.** Relationship of The Properties of Hot-Pressing C, B₄C ve SiC Composite With The Content of Additive Al. *Transactions of NFSOC*, Vol. No.3.
- Hydrogen Program Plan 1998.** FY 1993-FY 1997, U.S. Department of Energy.
- Hyo, SL., Jae, SY., Soon, HH., Duk, JY., Kyung, HN. 2001.** The Fabrication Process and Mechanical Properties of SiCp/Al-Si Metal Matrix Composites for Automobile Air-Conditioner Compressor Pistons. *J. Mat. Proc. Tech.*, 113: 202-208.
- İnem, B. 1993.** The Development of The Structures and Properties of Magnesium Matrix Silicon Carbide Reinforced Composites. Ph.D Thesis, School of Materials, University of Leeds, England, Leeds, 1-50s.
- Jiang, T., Jin, Z., Yang, J., Qia, G. 2009.** Investigation on The Preparation and Machinability Of The B₄C/Bn Nanocomposites By Hot-Pressing Process. *J. Mat. Proc. Tech.*, 209:561-571.
- Jianxin, D., Junlong, S. 2008.** Sand Erosion Performance of B₄C Based Ceramic Nozzles. *Int. J. Ref. Met. Hard Mat.*, 26: 128-134.
- Kaya, G. 1999.** Mechanical Properties of PM Al-SiC Composites Produced By Conventional Hot Pressing Method. Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Y. Lisans Tezi, Ankara, 81s.
- Kim, H., Koh, Y. 2000.** Densification and Mechanical Properties of B₄C With Al₂O₃ As a Sintering Aid. *J. Am. Ceram. Soc.*, 83:2863-2865s
- Kingery, WD., Bowen, DR. 1976.** Uhlmann, Introduction to Ceramics. 2nd Ed., *John Wiley & Sons*, New York.
- Köksal, F. 2004.** Al-Cu-SiC ve Al-Cu-B₄C Kompozitlerin Sıcak Presleme Yöntemi ile Üretimi ve Aşınma Özelliklerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta, 118s.
- Liu, C., Sun, J. 2010.** Erosion Behaviour of B₄C-Based Ceramic Composites. *Ceramics International* 36:1297-1302.
- Meydanoğlu, O. 2006.** Wear and Corrosion Behaviors of Aluminum Matrix Boron Carbide Reinforced Composites. İstanbul Technical University, Institute of Science and Technology, Doktora Tezi, İstanbul, 68s.
- Nie, C., Gu, J., Liu, J., Zhang, D. 2008.** Investigation on Microstructures and Interface Character Of B₄C Particles Reinforced 2024 Al Matrix Composites Fabricated By Mechanical Alloying. *Journal of Alloys and Compounds* 454:118-122.
- Orhan, A., Gür, KA., Çalığıülü, U. 2007.** Al Matrisli B₄C Takviyeli Kompozitlerin Sıcak Presleme Yöntemiyle Üretimi" *Makine Teknol. Elekt. Derg.*, 4:8-13.
- Öğünç, H. 2006.** Sıcak Presleme ile Sinterlenmiş α-SiC Matrisli B₄C Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi" Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Somunkıran, İ., Balın, A. 2011.** Sıcak Presleme Tekniğiyle Üretilen Co Esaslı Co-Cr-Mo Toz Alaşımında Presleme Sıcaklığının Mikroyapı Üzerine Etkisi. *6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11)*, Elazığ.
- Sur, G. 2008.** Karma Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozitlerin Üretimi, Mekanik Özellikler ve İşlenebilirliklerinin İncelenmesi. Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, 242s.
- Tekmen, Ç. 2006.** Metal Matrisli Kompozitlerin Sıkıştırılmalı Döküm Yöntemi ile Üretimi. Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Doktora Tezi, İzmir, 122s.
- Torralba, JM., da Costa, CE., Velasco, F. 2003.** P/M Aluminum Matrix Composites: An Overview. *J. Mat. Proc. Tech.*, 133:203-206.
- Upadhyaya G. S. 2002.** Powder Metallurgy Technology. Published By Cambridge International Science Publishing.

