

## Elementel Bor ve ZrB<sub>2</sub> katkılı Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Kompozitlerde Bor ve ZrB<sub>2</sub> Katkılarının Kompozitin Yapısal ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

Tuncay Şimşek<sup>1\*</sup>, Muharrem Pul<sup>2</sup>, Murat Bilen<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Motor Vehicles and Transportation, Kırıkkale Vocational School, Kırıkkale University, TÜRKİYE

<sup>2</sup>Department of Electricity and Energy, Kırıkkale Vocational School, Kırıkkale University, TÜRKİYE

<sup>3</sup>Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Gazi University, TÜRKİYE

### Makale Bilgisi

Araştırma makalesi  
Başvuru: 19/09/2024  
Düzeltilme: 29/11/2024  
Kabul: 09/12/2024

### Anahtar Kelimeler

Kompozit malzemeler  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
ZrB<sub>2</sub>  
Seramik malzemeler  
Toz metalürjisi

### Article Info

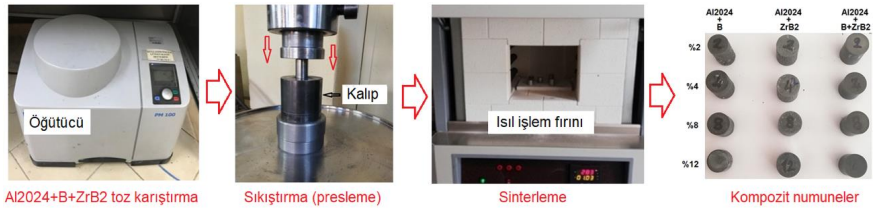
Research article  
Received: 19/09/2024  
Revision: 29/11/2024  
Accepted: 09/12/2024

### Keywords

Composite materials  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
ZrB<sub>2</sub>  
Ceramic materials  
Powder metallurgy

### Grafik Özet (Graphical/Tabular Abstract)

Bu çalışmada Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alüminyum alaşımına, Zirkonyum diborür (ZrB<sub>2</sub>) ve elementel bor (B) katkıları ile üstün mekanik özelliklere sahip kompozit malzemeler sentezlenerek katkı malzemelerinin kompozit numunelerin yapısal, morfolojik ve mekanik özelliklerine etkileri araştırılmıştır. In this study, composite materials with superior mechanical properties were synthesized by adding Zirconium diboride (ZrB<sub>2</sub>) and elemental boron (B) into Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aluminum alloy and the effects of additives on the structural, morphological and mechanical properties of composite samples were investigated.



Şekil A: Toz metalürjisi üretim süreci / Figure A: Powder Metallurgy Production Process

### Önemli noktalar (Highlights)

- ZrB<sub>2</sub>/B tavilyeli Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrisli kompozit/ ZrB<sub>2</sub>/B reinforced Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrix composite
- Toz metalürjisi ile üretim/ Production by powder metallurgy
- Yapısal, morfolojik ve mekanik özellikler/ Structural, morphological, and mechanical properties

**Amaç (Aim):** Toz metalürjisi yöntemi ile Bor elementi ve Bor bileşiği içeren kompozit yapılar elde etmek. / To obtain composite structures containing boron element and boron compounds using the powder metallurgy method.

**Özgünlük (Originality):** Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içerisine B ve ZrB<sub>2</sub>'nin takviye edilmesiyle kompozit yapıların üretilebilirliği ve karakterizasyonu / The producibility and characterization of composite structures by reinforcing Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with B and ZrB<sub>2</sub>.

**Bulgular (Results):** ZrB<sub>2</sub> ve B'nin takviye malzemelerinin yapı içerisinde herhangi bir intermetalik faz oluşturmadığı belirlenmiştir. SEM analizlerinden numunelerin homojen bir şekilde üretildiği, ancak B katkılı numunelerde B oranının artışına bağlı olarak düşük oranda gözenekler olduğu tespit edilmiştir. / It was determined that ZrB<sub>2</sub> and B reinforcement materials did not form any intermetallic phases within the structure. SEM analyses revealed that the samples were produced homogeneously; however, in B-reinforced samples, a low level of porosity was observed with increasing B content.

**Sonuç (Conclusion):** Yapılan XRD analizlerinde ana matris Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> malzemesinde Al, Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, CuAl<sub>2</sub> ve MnO fazlarına ait pikler gözlemlenmiştir. Takviye malzemelerinin yapı içerisinde gözenekliliğe sebep olduğu belirlenmiştir. En yüksek mikrosertlik ve basma dayanımı değerlerine %12 ZrB<sub>2</sub> katkılanmış numunelerde ulaşılmıştır. Sertlik ölçümleriyle uyumlu şekilde, basma dayanım testlerinde ZrB<sub>2</sub> takviyeli numunelerde daha sonuçlar elde edilmiştir. / XRD analyses revealed peaks corresponding to Al, Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, CuAl<sub>2</sub>, and MnO phases in the main Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrix material. It was determined that the reinforcement materials contributed to porosity within the structure. The highest microhardness and compressive strength values were obtained in samples reinforced with 12% ZrB<sub>2</sub>. Consistent with the hardness measurements, compressive strength tests also yielded superior results for ZrB<sub>2</sub>-reinforced samples



## Elementel Bor ve ZrB<sub>2</sub> katkılı Al2024 Kompozitlerde Bor ve ZrB<sub>2</sub> Katkılarının Kompozitin Yapısal ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

Tuncay Şimşek <sup>1\*</sup>, Muharrem Pul <sup>2</sup>, Murat Bilen <sup>3</sup>

<sup>1\*</sup>Department of Motor Vehicles and Transportation, Kırıkkale Vocational School, Kırıkkale University, TÜRKİYE

<sup>2</sup>Department of Electricity and Energy, Kırıkkale Vocational School, Kırıkkale University, TÜRKİYE

<sup>3</sup>Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Gazi University, TÜRKİYE

### Makale Bilgisi

Araştırma makalesi  
Başvuru: 19/09/2024  
Düzeltilme: 29/11/2024  
Kabul: 09/12/2024

### Anahtar Kelimeler

Kompozit malzemeler  
Al2024  
ZrB<sub>2</sub>  
Seramik malzemeler  
Toz metalürjisi

### Öz

Bu çalışmada Al2024 alüminyum alaşımı içerisinde, Zirkonyum diborür (ZrB<sub>2</sub>) ve elementel bor (B) katkılanarak üstün mekanik özelliklere sahip kompozit malzemeler sentezlenerek katkı malzemelerinin kompozit numunelerin yapısal, morfolojik ve mekanik özelliklerine etkileri araştırılmıştır. Sentez deneyleri mekanik alaşımlama ve toz metalürjisi yöntemleri ile gerçekleştirilmiştir. Kompozit malzemelerin mikroyapı incelemeleri ve elementel dağılım analizleri SEM mikroskobu ve EDX ile, faz yapıları ise XRD analizleriyle belirlenmiştir. Ayrıca kompozit yapıların mikrosertlikleri ve basma dayanımları tespit edilmiştir. XRD analizlerinden, sinterleme işleminden sonra yapı içerisinde Al, Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, CuAl<sub>2</sub> ve MnO fazlarına ait pikler tespit edilmiştir. ZrB<sub>2</sub> ve B'nin takviye malzemelerinin yapı içerisinde herhangi bir intermetalik faz oluşturmadığı belirlenmiştir. SEM analizlerinden numunelerin homojen bir şekilde üretildiği, ancak B katkılı numunelerde B oranının artışına bağlı olarak düşük oranda gözenekler olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, ZrB<sub>2</sub> içeren numunelerin B içeren numunelere oranla daha homojen dağılım gösterdiği, ancak B içeren yapılara göre daha fazla gözenekli bölgelerin olduğu belirlenmiştir. En yüksek mikrosertlik ve basma dayanımını değerlerine %12 ZrB<sub>2</sub> katkılanmış numunelerde ulaşılmıştır.

## Effect of Boron and ZrB<sub>2</sub> Additives on Structural and Mechanical Properties of Elemental Boron and ZrB<sub>2</sub> Doped Al2024 Composites

### Article Info

Research article  
Received: 19/09/2024  
Revision: 29/11/2024  
Accepted: 09/12/2024

### Keywords

Composite materials  
Al2024  
ZrB<sub>2</sub>  
Ceramic materials  
Powder metallurgy

### Abstract

In this study, composite materials with superior mechanical properties were synthesized by adding Zirconium diboride (ZrB<sub>2</sub>) and elemental boron (B) into Al2024 aluminum alloy and the effects of additives on the structural, morphological and mechanical properties of composite samples were investigated. Synthesis experiments were carried out by mechanical alloying and powder metallurgy methods. Microstructure examinations and elemental distribution analyses of composite materials were determined by SEM microscope and EDX, and phase structures were determined by XRD analysis. In addition, microhardness and compressive strengths of composite structures were determined. Peaks belonging to Al, Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, CuAl<sub>2</sub> and MnO phases were detected from XRD analysis after sintering process. It was determined that ZrB<sub>2</sub> and B reinforcement materials did not form any intermetallic phase in the structure. It was determined from SEM analysis that the samples were produced homogeneously, but there were low pores in B-added samples due to the increase in B ratio. In addition, it was determined that the samples containing ZrB<sub>2</sub> showed a more homogeneous distribution compared to the samples containing B, but more porous regions were formed compared to the structures containing B. The highest microhardness and compressive strength values were reached in the samples added with 12% ZrB<sub>2</sub>.

**1. INTRODUCTION** (GİRİŞ) Son yıllarda imalat, uzay ve havacılık, otomotiv vb endüstrilerde kullanılan mühendislik malzemelerinin daha hafif,

mukavemeti yüksek ve nispeten ucuz olmaları istenmektedir. Teknolojideki hızlı gelişmeler bu malzemelere olan talepleri daha da artırmaktadır.

Bu taleplerin karşılanması için birçok farklı malzeme grubu metal, seramik ve polimer esaslı matrislere katılarak kompozit malzemeler üretilmektedir. Kompozit malzemeler içerisinde sahip olduğu üstün mekanik özelliklerinden dolayı metal matrisli kompozitler öne çıkmaktadır. Özellikle düşük yoğunluk, düşük termal genleşme katsayısı, yüksek termal kararlılık, elektromanyetik koruma kapasiteleri ve nispeten ucuz olmaları nedeni ile metal matrisli kompozitler (MMK) içerisinde alüminyum matrisli kompozitler önemli bir yere sahiptir. Alüminyum malzemesi ve alaşımları makine ve imalat, uzay ve havacılık, otomotiv, elektronik vb. birçok endüstride düşük yoğunluk, üstün korozyon dayanımları ve termal kararlılıkları, hafifliği ve düşük maliyetleri nedeniyle kullanılmaktadır. Bu özelliklerine rağmen düşük sertlik, zayıf tribolojik ve mekanik dayanımları kullanım alanlarını kısıtlamakta ve önemli bir problem olarak öne çıkmaktadır [1]. Literatürde, alüminyum matrisli kompozit malzemelerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin iyileştirilmesi için grafen, SiC, B<sub>4</sub>C, karbon nanotüp vb birçok farklı seramik malzemenin katkı maddesi olarak kullanıldığı tespit edilmiştir [2-5].

Alüminyum matrisli kompozitler başta toz metalürjisi olmak üzere ergitme, infiltrasyon vb yöntemlerle başarılı bir şekilde üretilmektedir [6-9]. Erigiyik ve katı hal yöntemleri ile yapılan çalışmalar incelendiğinde, ana matris içerisindeki katkı malzemelerinin homojen bir şekilde dağılması ve katkı malzemeleri ile matris arasındaki islanma mekanizmalarının, üretilen kompozit yapıların fiziksel ve mekanik özelliklerini en etkileyen hususların başında geldiği vurgulanmıştır [9-11]. Literatür incelendiğinde, birçok alüminyum alaşımı içerisinde farklı formlarda üretilen seramik, borür ve karbür parçacıklarının katıldığı, özellikle mekanik ve aşınma dayanımlarında önemli oranlarda artışların olduğu görülmektedir [12-14]. Khoshsima ve diğerleri [15], kompozit metal borür parçacıkları ile Al-esaslı hibrit metal matrisli kompozitler üretmişlerdir. Süzer ve diğerleri ise

[16], takviye malzemesi olarak yüksek entropi (HfTiZrVNb)B<sub>2</sub> seramik parçacıklarını kullanarak, Al-matrisli kompozit malzemeler elde etmişlerdir. Ardından ürettikleri numunelerin mekanik, mikroyapısal ve termal özelliklerini araştırmışlardır. Akçay ve diğerleri [17], toz metalürjisi yöntemiyle B<sub>4</sub>C takviyeli Al esaslı kompozit yapılar üretmiştir. 500 MPa basınç ve 560 °C sıcaklık parametreleri ile ürettikleri örneklerin mikroyapılarını, sertlik ve elektriksel iletkenliklerini incelemişlerdir. Bu çalışmada yüksek sıcaklık dayanımı ve üstün mekanik özelliklere sahip ZrB<sub>2</sub> seramikleri ve elementel bor (B), nispeten zayıf mekanik özelliklere sahip Al2024 alaşımına katılarak, üretilen metal matrisli kompozit malzemelerin mekanik dayanımlarını artırmak amaçlanmıştır. Hedeflenen çalışmada 2024 serisi alüminyum alaşımı tercih edilmiştir. Al2024 alaşımları yüksek mukavemet-ağırlık oranı, ısıl işleme sertleştirilebilme özelliği ve yaşlandırma ile mekanik özelliklerinin artmasından dolayı birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Bu alaşımlar, ayrıca iyi işlenebilirlik, yüksek kırılma tokluğuna sahiptir. Bu çalışmada ilk etapta gezegensel tip öğütücü içerisinde alüminyum alaşımları ZrB<sub>2</sub> ve elementel bor malzemeleri belli sürelerde ayrı ayrı öğütülerek homojen bir toz karışımı elde edilmiştir. Üretim deneylerinin 1. aşamasında homojen şekilde karıştırılan toz karışımları soğuk olarak preslenmiş, 2. aşamada ise toz karışımları sinterlenmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin faz yapıları XRD tekniği ile, mikroyapı-morfoloji ve elementel kimyasal analizleri ise SEM-EDX ile belirlenmiştir. Numunelerin Vickers sertlik cihazı ile sertlikleri ve son olarak basma dayanımları analiz edilmiştir.

## 2. MATERIALS AND METHODS (MATERİYAL VE METOD)

Deneyel çalışmalarda ana matris olarak Al2024 alaşımı kullanılmıştır. Al2024 tozunun kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir.

**Tablo 1.** Al2024 alaşımının kimyasal bileşimi (% ağırlıkça) (Chemical composition of AL2024 alloys)

Kimyasal bileşim	Cu	Mg	Mn	Fe	Zn	Si	Ti	Cr	Al
%	4.44	1.29	0.6	0.13	0.093	0.068	0.027	0.002	93.35

Takviye elemanı olarak ise % 99.5 saflıkta ZrB<sub>2</sub> (ABCR, Cas No: 12045-64-6) ve Elementel Bor (Aldrich, Cas No: 7440-42-8) malzemeleri kullanılmıştır. Ana matris ve takviye oranlarına

göre tartılan toz malzemeler gezegensel tip bilyeli öğütücüde karıştırılmıştır. Alüminyum alaşımları ve nano-mikro ölçekteki takviye elemanlarının oksitlenmemesi için numune tartım işlemleri

atmosfer kontrollü kabin (Glove-Box) içerisinde gerçekleştirilmiştir. Tablo 2’de verilen stokiyometrilere hazırlanan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrB<sub>2</sub> ve B elementleri tartılarak gezegensel tip öğütücüde (Retsch, PM 100) karıştırılmıştır. Deneysel hazneden kaynaklı safsızlıkları önlemek için WC hazne ve bilyeler kullanılmıştır. Hazırlanan toz

karışımları 250 ml hacimli WC havan içerisinde iki farklı çapta (15-10 mm) WC bilyeler ile kuru ortamda 300 rpm dönme hızında, 10:1 bilya-toz oranı ile 3 saat süre ile karıştırılmıştır. Deneysel çalışmalarda belirlenen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alaşımı ve takviye elemanı oranları Tablo 2’de verilmiştir.

**Tablo 2.** Al matris ve katkı elementlerinin oranları (Al matrix and the ratios of alloying elements)

Numune No	Al matris + B/ZrB <sub>2</sub> oranları
1	%98 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 2 B
2	%96 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 4 B
3	%92 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 8 B
4	%88 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 12 B
5	%98 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 2 ZrB <sub>2</sub>
6	%96 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 4 ZrB <sub>2</sub>
7	%92 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 8 ZrB <sub>2</sub>
8	%88 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 12 ZrB <sub>2</sub>
9	%98 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 1 B + % 1 ZrB <sub>2</sub>
10	%96 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + %2 B + % 2 ZrB <sub>2</sub>
11	%92 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 4 B + % 4 ZrB <sub>2</sub>
12	% 88 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + % 6 B + % 6 ZrB <sub>2</sub>
13	%100 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

Her bir deney numunesi için 15 g toz karışımı kullanılmıştır. Tozların daha homojen karışması ve kalıptan daha rahat çıkması için ağırlıkça %0.2 oranında çinko stearat [Zn (C<sub>18</sub>H<sub>35</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>] ilave edilmiştir. Hazırlanan toz karışımları 15 tonluk

hidrolik preste yaklaşık 600 MPa basınç ile soğuk preslenmiştir. Soğuk presleme işlemleri için 12 mm çapındaki toz sıkıştırma kalıpları kullanılmıştır. Şekil 1’de üretim prosesi ve elde edilen deney numuneleri gösterilmektedir.



**Şekil 1.** Toz metalürjisi üretim süreci (Powder metallurgy production process)

Sentez deneyleri sonrasında numunelerin faz yapıları X-Işınları Difraktometresi ile belirlenmiştir. Her bir kompozit numunenin faz tanımları Jade 6.0 yazılımı analiz edilmiştir. CuK $\alpha$  ışınması ( $\lambda=1.54\text{\AA}$ ), 45 kV voltaj ve 40 mA akım ile  $2\theta$  aralığı  $20^\circ$ ’den  $90^\circ$ ’ye kadar  $0.026^\circ$  adım aralığında ölçümler alınmıştır. Faz tanımlamalarının yapılmasından sonra numuneler metalografik incelemeler için yüzey hazırlama

işlemleriyle tarayıcı elektron mikroskobu ve EDX haritalama (HITACHI SU5000) analizleri için hazır hale getirilmiştir. Bunun için her bir numune sırasıyla 400, 800 ve 1200 mesh SiC aşındırıcılar ile zımparalandıktan ve 1-3 mikron parlaklık solüsyonlar ile parlatılmıştır. Faz yapıları analiz edilen numunelerin Vickers sertlik cihazı ile  $25^\circ\text{C}$ ’de 980.7 mN (HV0.5) yükte 10 s bekletilerek mikrosertlikleri belirlenmiştir.



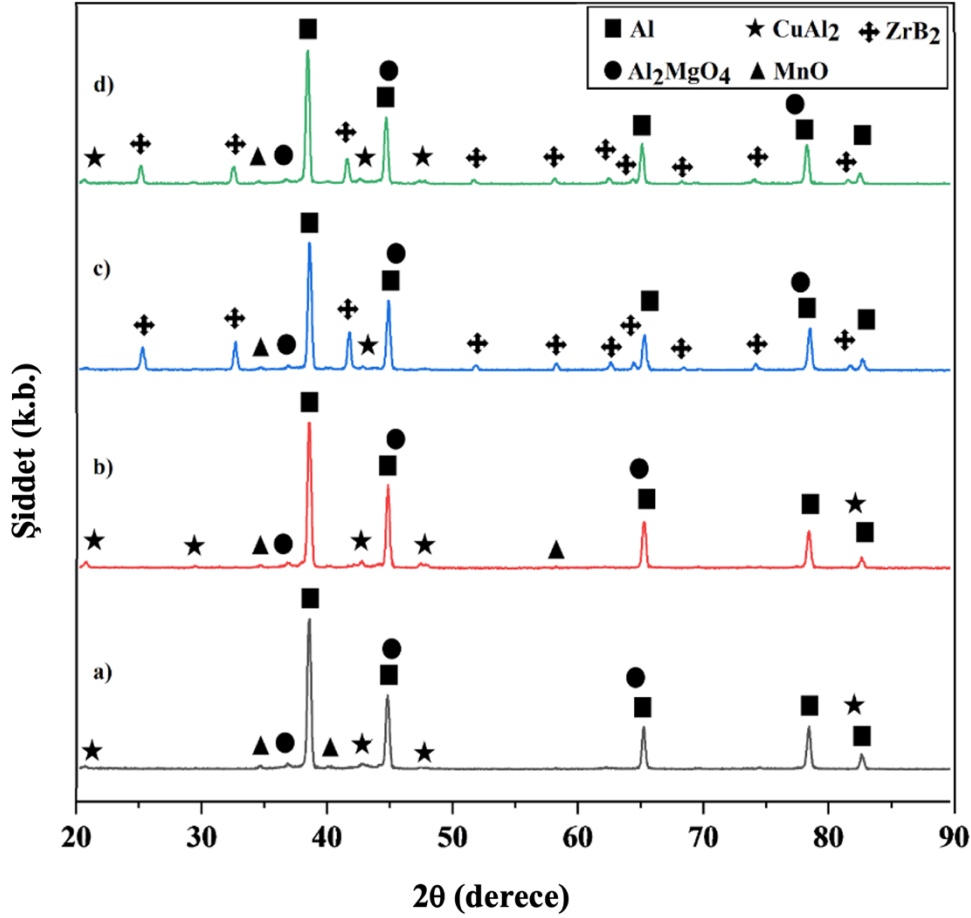
Mikrosertlik deneylerinde her örneğin farklı 5 yerinden ölçümler alınarak ortalamaları dikkate alınmıştır. Ardından kompozit malzemelerin basma dayanımları belirlenmiştir.

### 3. RESULTS (BULGULAR)

#### 3.1.Faz Analizi (Phase Analysis)

Mekanik öğütücüde homojen olarak karıştırılan ve 600 Mpa'lık basınç altında soğuk preslenen

alaşımlar 650 °C sıcaklıkta sinterlendikten sonra faz yapılarının belirlenmesi için XRD ile analiz edilmiştir. XRD analizleri için silindir şeklinde üretilen kompozit numunelerin üst yüzeyleri paralel olacak şekilde hazırlanmıştır. Şekil 2'de anamatris Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ağırlıkça % 88 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + % 12B, % 88 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %12ZrB<sub>2</sub>, % 88 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + % 6B + %6ZrB<sub>2</sub> içeren alaşımların XRD desenleri verilmiştir.



**Şekil 2.** Ana matris Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 88 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + % 12 B alaşımı, % 88 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + % 12 ZrB<sub>2</sub> alaşımı ve % 88 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + % 6 B + % 6 ZrB<sub>2</sub> alaşımının XRD deseni (The XRD patterns of the primary Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrix, 88% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 12% B alloy, 88% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 12% ZrB<sub>2</sub> alloy, and 88% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 6% B + 6% ZrB<sub>2</sub> alloy)

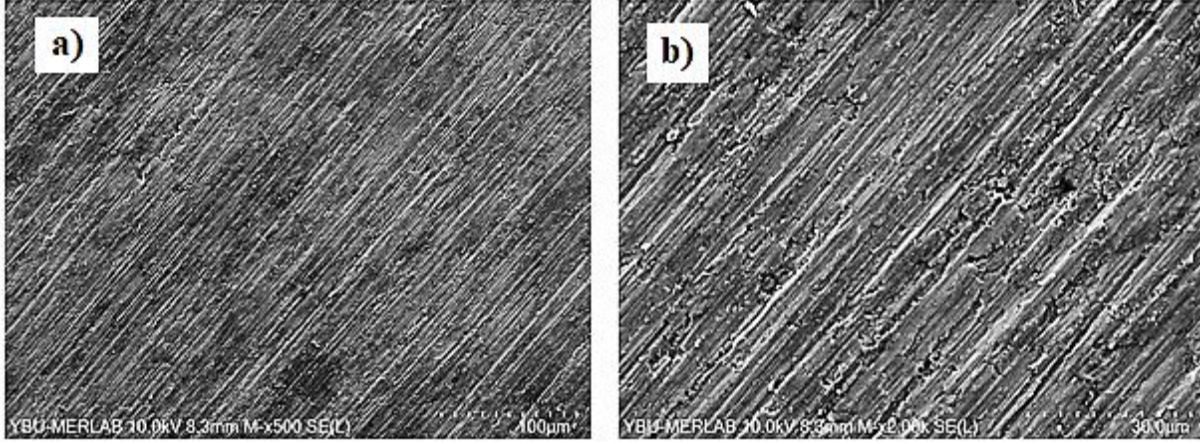
Şekil 2'deki XRD deseninde, sinterlenen ana matris Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> malzemesinde, Al fazı (ICDD: 85-1327, kübik, Fm-3m), Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub> fazı (ICDD: 73-0559, kübik, Fd-3m), CuAl<sub>2</sub> fazı (ICDD:25-0012, tetragonal, I4/mcm) ve MnO (ICDD:71-1177, kübik, Fm-3m) fazlarına ait pikler görülmüştür. %12 B katkılanmış numunelerin XRD deseni incelendiğinde benzer fazlara ait kristal pikler görülmektedir. Sentez deneylerinde kullanılan B elementinin amorf yapıda olması nedeniyle elementel B'ye ait pikler XRD deseninde

görülmemiştir. Ayrıca B'nin Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içerisindeki elementlerle herhangi bir intermetalik faz oluşturmadığı da tespit edilmiştir. ZrB<sub>2</sub> takviye edilen kompozit numunelerde ise, Al, Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, CuAl<sub>2</sub> ve MnO fazlarının yanı sıra ZrB<sub>2</sub> (ICDD:34-0423, hegzagonal, P6-mmm) fazına ait pikler görülmüştür. ZrB<sub>2</sub> kristal fazının 2θ derece 25.204°, 32.600°, 41.657°, 51.745°, 58.182°, 62.513°, 64.402°, 68.296°, 74.069°, 81.583°'te yansıyan baskın pikleri XRD deseninde tespit edilmiştir. Bu piklerin dışında herhangi bir safsızlık veya

arabilesiklere ait piklere rastlanmamıştır. Elementel Bor ve  $ZrB_2$  içeren kompozit numunelerde Al,  $Al_2MgO_4$ ,  $CuAl_2$ , MnO ve  $ZrB_2$  fazlarına ait pikler görülmüştür.

### 3.2. Mikroyapılar ve Elementel Analiz (Microstructures and Elemental Analysis)

XRD incelemelerinden sonra Tablo2’de stokiyometrisi verilen herbir kompozit numunesi 400-1200 mesh aralığındaki SiC aşındırıcılar ile zımparalanmış ve 1-3 mikronluk solüsyonlar kullanılarak parlatılmıştır. SEM-EDX analizleri ile numunelerin morfoloji analizleri, elementel haritalama ve kimyasal içerikleri araştırılmıştır.



**Şekil 3.** Ana matris Al2024 alaşımının (a) 500× ve (b) 2000× büyütmede SEM görüntüleri (SEM images of the primary Al2024 alloy matrix at (a) 500× magnification and (b) 2000× magnification)

Şekil 3’te ana matris Al2024 alaşımının SEM analiz verilmiştir. Yapılan incelemelerde, preslenen ve sinterlenen ana matris malzemesinin homojen bir şekilde üretildiği gözlenmiştir.

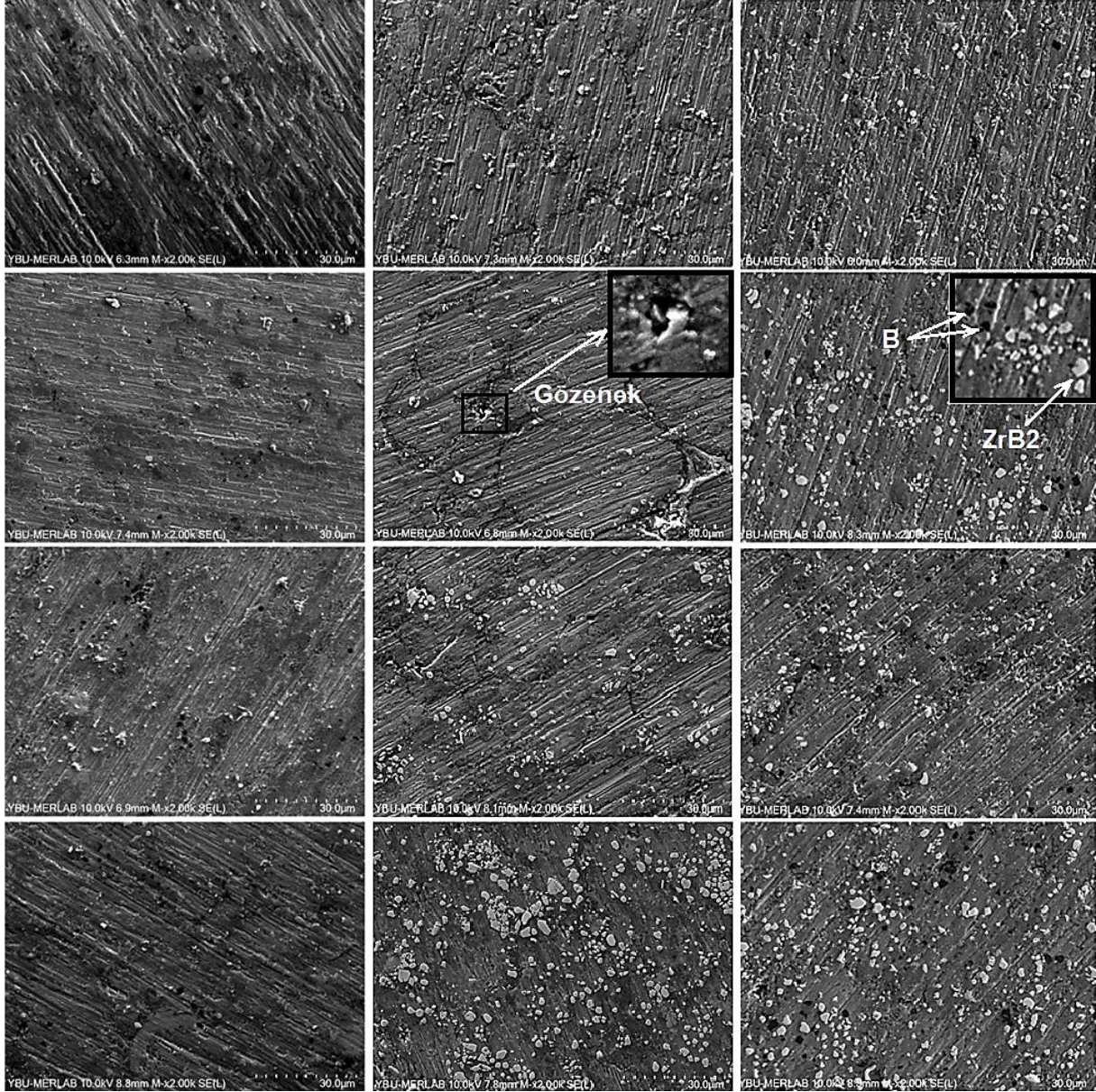
Şekil 4’te % 2, 4, 8 ve 12 oranında ana matris Al2024 malzemesine karıştırılan B ve  $ZrB_2$  kompozit yapıların 2000× büyütmede çekilen SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 4 incelendiğinde Bor katkı oranının artışına bağlı olarak, kompozit yapılarda bor agregaların olduğu anlaşılmaktadır. Ana yapı malzemesi Al2024 taneleri arasına yerleşen bor partiküllerinin, sinterleme işlemi sırasında Al2024 taneciklerinin bağlanmasında zorluk yarattığı ve bazı bölgelerde taneler arası tam bağlanmayı bir miktar engellediği söylenebilir.

$ZrB_2$  borür seramikler içeren numunelerin B içeren numunelere oranla daha homojen dağılım gösterdiği görülmektedir. Ancak bu kompozit yapılarda B içeren yapılara göre daha fazla gözenekli bölgelerin oluştuğu anlaşılmaktadır. Gözenekli yapının oluşmasında en önemli etkenin  $ZrB_2$  topaklanmasının olduğu ifade edilebilir. Özellikle %8 ve %12 gibi yüksek takviye oranlarına ait SEM

görüntülerinde  $ZrB_2$  partiküllerinin yoğun olarak topaklandığı bölgeler açıkça görülmektedir. Benzer sonuçlar, Pul’un AA7075 matrisli SiC,  $B_4C$  ve  $TiB_2$  takviyeli kompozit yapı sentezinde de görülmüştür. Yaptığı çalışmada takviye elemanlarının oranlarına bağlı olarak, matris ve takviye elemanları arasında yeterli ıslanmanın olmaması ve taneler arası bağların zayıflığı nedeniyle, takviye elemanlarının yoğun bir şekilde topaklanma eğilimi gösterdiğini ve gözenekli yapılarda artışlar gözlemlendiğini rapor etmiştir [18].

B ve  $ZrB_2$ ’nin birlikte kullanıldığı kompozit yapılarda ise hem B hem de  $ZrB_2$  takviyeli yapıların karakteristik özelliklerinin yer aldığı anlaşılmıştır. B ve  $ZrB_2$ ’nin birlikte yer aldığı kompozit yapılarda B takviyeli yapılardan daha fazla gözenekli yapı gözlenmiştir.  $ZrB_2$  takviyeli yapılardan ise biraz daha az gözenekli bölgelerin yer aldığı tespit edilmiştir. Yapısal kararlılık ve gözeneklilik yönünden iyiden kötüye doğru genel bir değerlendirme yapılacak olursa; B takviyeli kompozit yapılar, B+ $ZrB_2$  takviyeli yapılar ve  $ZrB_2$  takviyeli yapılar olarak sıralanmaktadır.



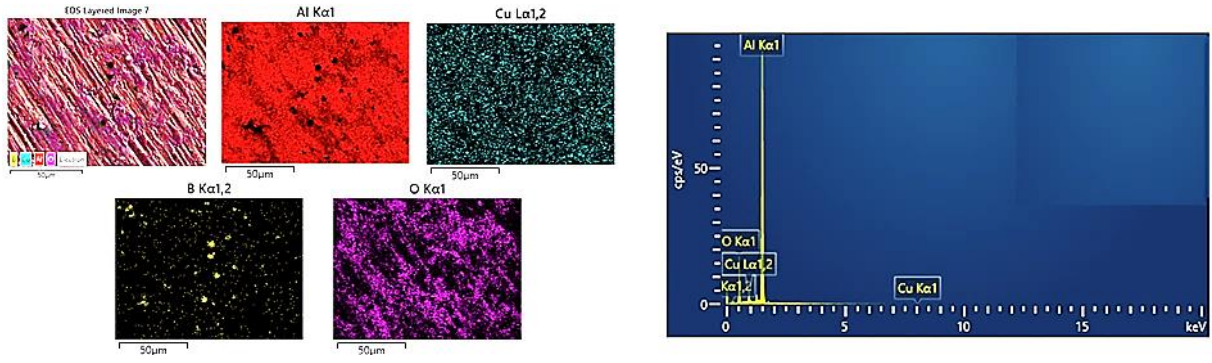


**Şekil 4.** Farklı oranlarda B, ZrB<sub>2</sub> ve B+ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit numunelerin SEM görüntüleri (SEM images of composite samples containing different proportions of B, ZrB<sub>2</sub>, and B+ZrB<sub>2</sub>)

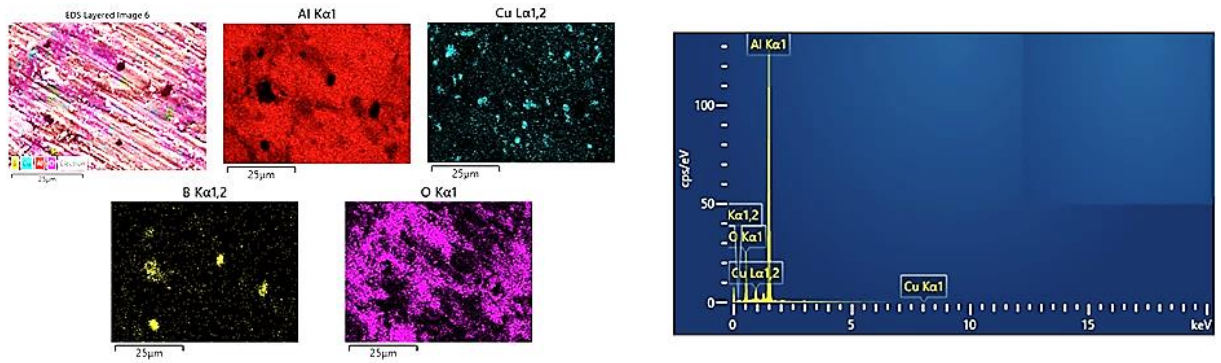
Mikroyapılara ait SEM görüntülerinin incelenmesinden sonra, kompozit yapıları oluşturan matris ve takviye elemanı elementlerin varlığının tespiti ve üretim sürecinde oluşabilecek harici elementel yapıları kontrol edebilmek amacıyla SEM görüntülemeleriyle birlikte EDX analizleri yapılmış ve mapping görüntülemeleri yapılmıştır. Bu amaçla aradaki farklılığın daha net incelenebilmesi

amacıyla kompozit yapılar içerisinde en az ve en fazla takviyeli olan numuneler seçilmiştir. Şekil 5 ve 6'da %2 ve %12 B içeren kompozitlerin, Şekil 7 ve 8'de %2 ve %12 ZrB<sub>2</sub> içeren kompozitlerin, Şekil 9 ve 10'da ise %1B+%1 ZrB<sub>2</sub> ve %6B+%6 ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit yapıların elementel haritalama ve EDX analizleri verilmiştir.

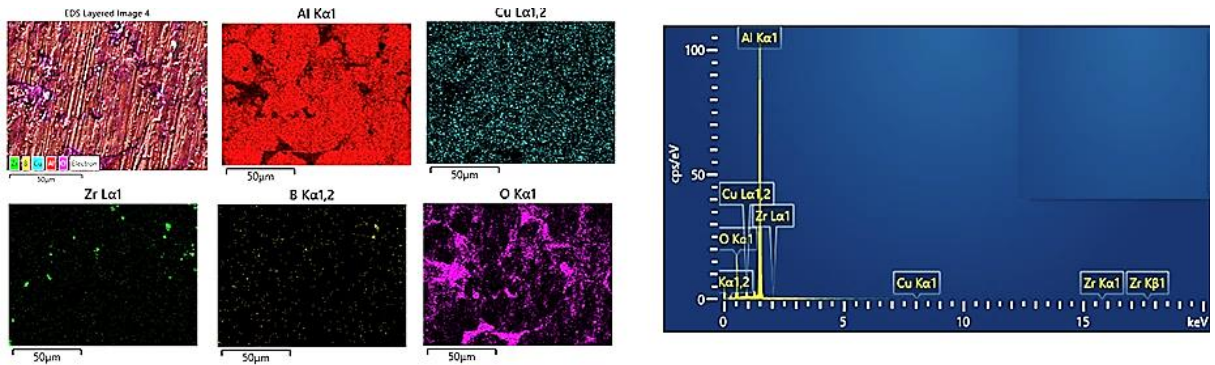




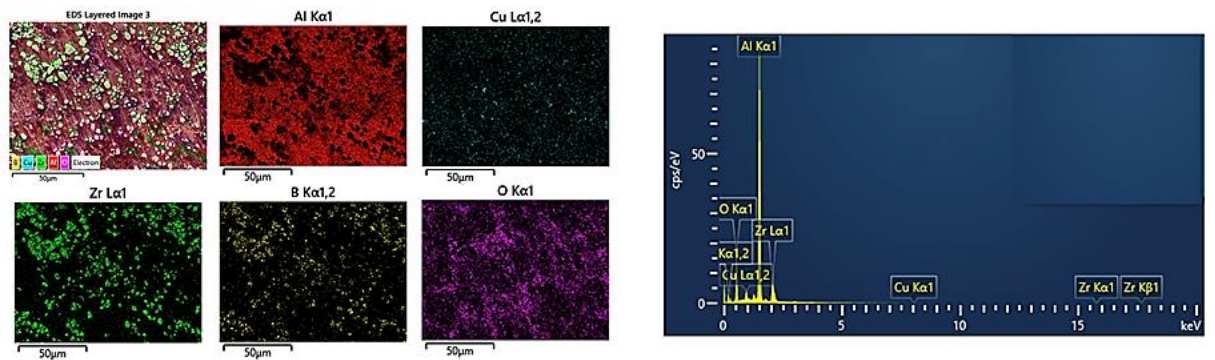
Şekil 5. % 2 B içeren kompozit numuneye ait elemental haritalama ve EDX görüntüleri (Elemental mapping and EDX images of the composite sample containing 2% B.)



Şekil 6. % 12 B içeren kompozit numuneye ait elemental haritalama ve EDX görüntüleri (Elemental mapping and EDX images of the composite sample containing 12% B.)

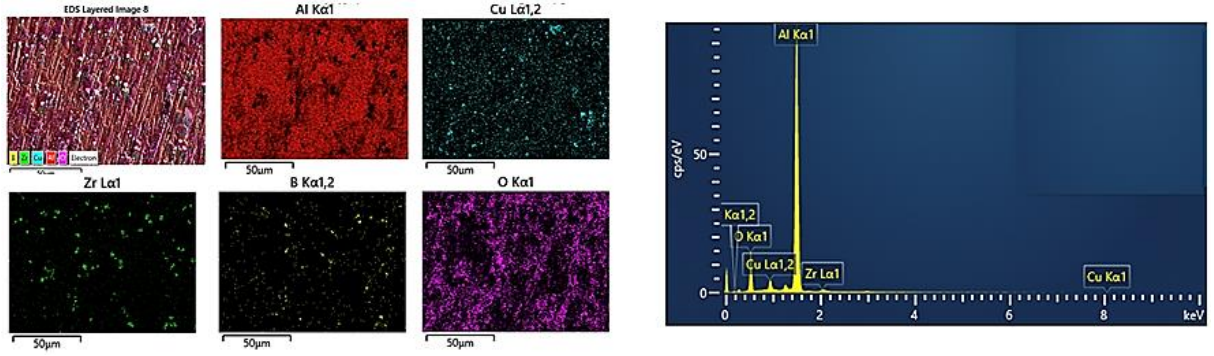


Şekil 7. % 2 ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit numuneye ait elemental haritalama ve EDX görüntüleri (Elemental mapping and EDX images of the composite sample containing 2% ZrB<sub>2</sub>.)

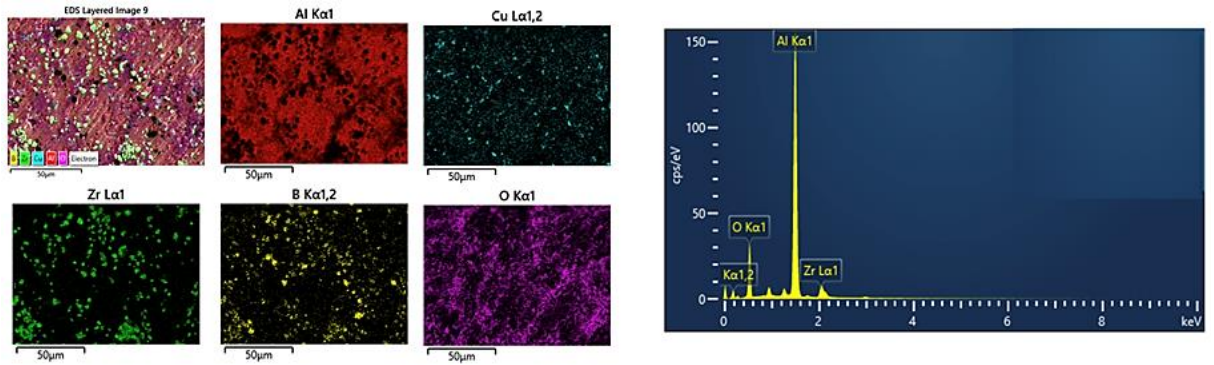


Şekil 8. % 12 ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit numuneye ait elemental haritalama ve EDX görüntüleri (Elemental mapping and EDX images of the composite sample containing 12% ZrB<sub>2</sub>.)





Şekil 9. % 1 + % 1ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit numuneye ait elemental haritalama ve EDX görüntüleri (Elemental mapping and EDX images of the composite sample containing 1% B and 1% ZrB<sub>2</sub>.)

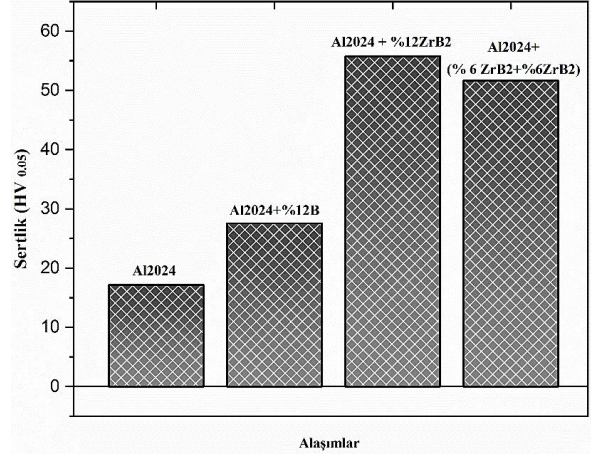


Şekil 10. % 6B + % 6ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit numuneye ait elemental haritalama ve EDX görüntüleri (Elemental mapping and EDX images of the composite sample containing 6% B and 6% ZrB<sub>2</sub>.)

Şekil 5-10'da yer alan görüntü ve analizlere ait incelemelerde B elementinin ana matris içerisinde diğer kompozitlere göre daha agrega şekilde yer aldığı belirlenmiştir. Tüm numunelerde Al, Cu ve O elementlerine rastlanmıştır. Al ve Cu pikleri ana matris yapının kimyasal yapısından dolayı gözlenirken, O elementi ise kompozit yapıların oksitlenmesinden kaynaklı olarak EDX desenlerinde görülmüştür. B içeren numunelerde beklendiği gibi B elementi, ZrB<sub>2</sub> içeren numunelerde de Zr ve B elementlerinin pikleri tespit edilmiştir. Tüm kompozit yapılarda herhangi bir safsızlığa ait pik görülmemiştir.

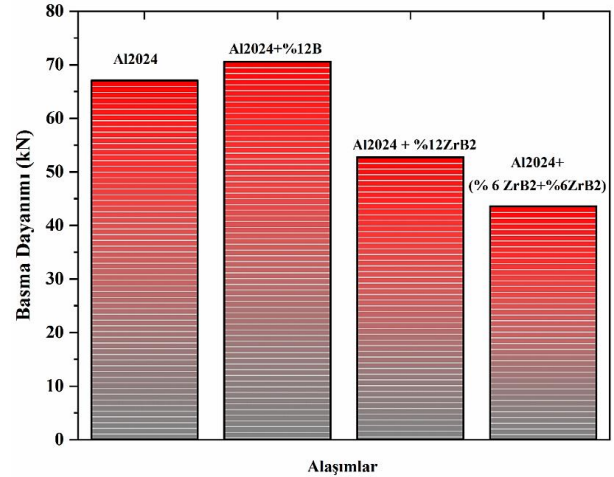
### 3.3.Mekanik Dayanım (Mechanical Strength)

Faz yapıları ve morfolojik yapıları analiz edilen kompozit yapıların mekanik dayanımlarının belirlenmesi için mikrosertlik ve basma dayanım testleri gerçekleştirilmiştir. Mikrosertlik tayini için ana matris Al2024 ve en yüksek oranda takviye malzemesi içeren %88 Al2024 + % 12 B ve %88 Al2024 + % 12 ZrB<sub>2</sub> ve %88 Al2024 + % 6 B +%6 ZrB<sub>2</sub> numuneleri analiz edilmiştir. Vickers sertlik cihazıyla numunelerin en az 5 farklı yerlerinden ölçümler alınarak ortalamaları dikkate alınmıştır. Şekil 11'de preslenen ve sinterlenen numunelerin kıyaslamalı mikrosertlik grafiği verilmiştir. Şekil 11 incelendiğinde ana matris malzemesinin 17.13 HV olan mikrosertliğinin eklenen takviyelere bağlı olarak yaklaşık olarak 3 kat artarak 55.73 HV'ye kadar artırıldığı görülmektedir. Beklendiği gibi en yüksek sertliğe sahip ZrB<sub>2</sub> partiküllerinin, katkılı olduğu kompozit yapılarda en yüksek sertlik değerlerini oluşturduğu belirlenmiştir. Takviye malzemelerinden B elementi %12 oranında katkılı olduğunda mikrosertlik 27.54 HV değerine, % 6 B +%6 ZrB<sub>2</sub> katkı oranlarında ise 51.81 HV değerine ulaşmıştır.



Şekil 11. Sinterlenen numunelerin mikrosertlik değerleri (Microhardness values of the sintered samples)

Kompozit yapıların mekanik özelliklerinin belirlenmesi amacıyla ayrıca basma dayanımı testleri yapılmıştır. Bu amaçla kompozit yapılarda en yüksek takviye oranları içeren numuneler testlere tabi tutulmuştur. Kompozit numunelerin plastik deformasyona uğradığı kuvvetler Şekil 12'deki grafikte verilmiştir. Şekil 12, kompozit yapılarda, saf Al2024 referans malzemesine göre beklendiği gibi daha yüksek basma direncine sahip yapıların elde edildiğini ortaya koymaktadır. B takviye malzemesine göre daha üstün mekanik özelliklere sahip ZrB<sub>2</sub> takviye elemanı kullanımının kompozit yapıların basma dayanımını önemli oranda iyileştirdiği görülmüştür. Basma dayanımı sonuçlarının aynı zamanda sertlik değerleriyle uyumlu olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 12. Ana matris Al2024, B, ZrB<sub>2</sub> ve B+ ZrB<sub>2</sub> içeren numunelerin basma deneyi sonuçları (Compressive test results of samples containing the primary Al2024 matrix, B, ZrB<sub>2</sub>, and B+ZrB<sub>2</sub>)

#### 4. CONCLUSIONS (SONUÇLAR)

Bu çalışmada düşük mekanik özelliklere sahip Al2024 alaşımı içerisinde toz metalürjisi yöntemiyle başarılı bir şekilde farklı oranlarda elementel B, ZrB<sub>2</sub> ve B+ZrB<sub>2</sub> katkıları ile kompozit yapılar üretilmiştir. Yapılan XRD analizlerinde ana matris Al2024 malzemesinde Al, Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, CuAl<sub>2</sub> ve MnO fazlarına ait pikler gözlemlenmiştir. ZrB<sub>2</sub> içeren kompozit numunelerde ana matris malzemesine ait fazların yanısıra ZrB<sub>2</sub> (ICDD:34-0423, hegzagonal, P6-mmm) fazına ait pikler tespit edilmiştir. B elementi takviyeli kompozit yapılarda ise B'nin amorf yapıda olması nedeniyle elementel B'ye ait pikler XRD deseninde görülmemiştir. Ayrıca B'nin Al2024 içerisindeki elementlerle herhangi bir intermetalik faz oluşturmadığı da belirlenmiştir. SEM analizlerinden preslenen ve sinterlenen ana matris numunelerin homojen bir şekilde üretildiği, ancak B katkılı numunelerde B oranının artmasına bağlı olarak, kompozit yapılarda B agregatları ve düşük oranda gözenekler olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, ZrB<sub>2</sub> içeren numunelerin B içeren numunelere oranla daha homojen dağılım gösterdiği, ancak bu kompozit yapılarda B içeren yapılara göre daha fazla gözenekli bölgelerin olduğu belirlenmiştir. Özellikle %8 ve %12 gibi yüksek ZrB<sub>2</sub> takviye oranlarına ait SEM görüntülerinde ZrB<sub>2</sub> partiküllerinin yoğun olarak toplandığı bölgeler açıkça gözlemlenmiştir. Mikrosertlik analizlerinde, 17.13 HV olan ana malzemenin mikrosertlik değerleri, takviye malzemelerinden B elementi %12 oranında katkılı olduğunda 27.54 HV değerine, %6 B +%6 ZrB<sub>2</sub> katkı oranlarında 51.81 HV ve %12 ZrB<sub>2</sub> içeren numunelerde ise 55.73 HV'ye değerine ulaşmıştır. Bu tür kompozit yapılarda oluşan takviye agregasyonları ve buna bağlı olarak oluşan gözenekli iç yapılar, kompozitlerin mekanik davranışını olumsuz şekilde etkilemiştir. Sertlik ölçümleriyle uyumlu şekilde, basma dayanım testlerinde ZrB<sub>2</sub> takviyeli numunelerde daha başarılı sonuçlar elde edilmiştir.

#### TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışma 2023/021 numaralı proje kapsamında Kırıkkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenmiştir.

#### ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazarı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

The authors of this article declares that the materials and methods they use in their work do not require ethical committee approval and/or legal-specific permission.

#### YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

**Tuncay ŞİMŞEK:** Sentez deneylerinin yürütülmesi, çalışmadaki analizlerin yapılması, makalenin yazılması

Conducting synthesis experiments, performing analyses, writing the article

**Muharrem PUL:** Toz metalürjisi deneyleri ve karakterizasyon analizleri, makalenin yazılması

Powder metallurgy experiments and characterization analyses, writing the article

**Murat BİLEN:** Yapısal analizlerin gerçekleştirilmesi

Conducting structural analyses.

#### ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

There is no conflict of interest in this study.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Arunkumar, S., Sundaram, S.M., Sukethkanna, K.M., & Vigneshwara, S. A review on aluminium matrix composite with various reinforcement particles and their behaviour. *Materials Today: Proceedings*, 33, (484-490), (2020). doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.053
- [2] Pul, M. Karbon Nanotüp (CNT) ve NanoGrafen (G) Takviyeli Al2024 Kompozitlerin Vorteks Yöntemiyle Üretilerek Aşınma ve İşlenebilirlik Özelliklerinin İncelenmesi. *International Journal of Engineering Research and Development*, 11, 370-382, (2019). doi.org/10.29137/umagd.493868
- [3] Izadi, H., Nolting, A., Munro, C., Bishop, D. P., Plucknett, K. P. & Gerlich, A. P. Friction stir processing of Al/SiC composites fabricated by powder metallurgy. *The Journal of Materials Processing Technology*, 213, 1900–1907, (2013). doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.05.012
- [4] Manohar, G., Pandey, K.M. & Maity, S.R. Effect of sintering mechanisms on mechanical properties of AA7075/B4C composite fabricated by powder metallurgy techniques. *Ceramics International*, 47(11)15147-15154, (2021). doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.02.073
- [5] Carneiro, Í., Fernandes, J.V., Simões, S. Strengthening Mechanisms of Aluminum Matrix



- Nanocomposites Reinforced with CNTs Produced by Powder Metallurgy. *Metals* 11, 1711, (2021). <https://doi.org/10.3390/met11111711>
- [6] Kimpson, M.G. & Scott, T.E. Processing and properties of metal matrix composites containing discontinuous reinforcement, *Materials Science and Engineering: A*, 93-106, (1989). [doi.org/10.1016/0921-5093\(89\)90378-X](https://doi.org/10.1016/0921-5093(89)90378-X)
- [7] Chou, S.N., Huang, J.L., Lii, D.F. & Lu, H.W. The mechanical properties and microstructure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/aluminum alloy composites fabricated by squeeze casting. *Journal of Alloys and Compounds*, 436, 124-130, (2007). [/doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.07.062](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.07.062)
- [8] Lai, S.W. & Chung, D.D.L. Fabrication of particulate aluminium-matrix composites by liquid metal infiltration. *Journal of Material Science*, 29, 3128–3150, (1994). [doi.org/10.1007/BF00356655](https://doi.org/10.1007/BF00356655)
- [9] Kök, M., Production and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle- reinforced 2024 aluminium alloy composites. *Journal of Materials Processing Technology*, 161:381–387.(2005). [doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.07.068](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.07.068)
- [10] Ramachandra, M., Abhishek, A., Siddeshwar, P. & Bharathi, V. Hardness and Wear Resistance of ZrO<sub>2</sub> Nano Particle Reinforced Al Nanocomposites Produced by Powder Metallurg. *Procedia Materials Science*, 10, 212 – 219, (2015). [doi.org/10.1016/j.mspro.2015.06.043](https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.06.043)
- [11] Suresh, S.M., Mishra, D., Srinivasan, A., Arunachalam, R. M. & Sasikumar, R. Production and characterization of micro and nano Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle-reinforced LM25 aluminium alloy composites, *ARPJ Journal of Engineering and Applied Sciences*, 6, 6, (2011).
- [12] Karabulut, H., Karacif, K. & Türkmen, M. Sıcak Presleme Yöntemi ile Üretilen AA2024 ve AA7075 Esaslı %5 SiC Takviyeli Kompozit Malzemelerin Mikroyapı, Sertlik ve Korozyon Özelliklerinin İncelenmesi, *International Journal of Engineering Research and Development*, 13 (1), (2021). [doi.org/10.29137/umagd.7338](https://doi.org/10.29137/umagd.7338)[[755
- [13] Gündoğan, K. & Özşarı, A.R.B. Basınçlı İnfiltrasyon Yöntemiyle Üretilen AA2024 ve AA6061 Matrisli, B<sub>4</sub>C ve SiC Takviyeli Kompozit Malzemelerin Mikroyapı, Mekanik ve Isıl İletkenlik Özelliklerine Basıncın Etkisi. *International Journal of Engineering Research and Development*, 11 (2), 657-669, (2019). [doi.org/10.29137/umagd.540610](https://doi.org/10.29137/umagd.540610)
- [14] Azad, A.M., Hamdan, B., Mohammad, A., Mazli, M., Masood, Y. M., Marode, F., Sapuan, R. V., Ansari, S.M. & Husain, A. Advancements in aluminum matrix composites reinforced with carbides and graphene: A comprehensive review. *Nanotechnology Reviews*, 12 (1) 20230111, (2023). <https://doi.org/10.1515/ntrev-2023-0111>
- [15] Khoshsima, S., Mertdinç, S., Motallebzadeh, A., Altıntaş, Z., Ağaoğulları, D., Çağırın, Ö.B. Enhanced hardness and wear resistance of Al-based hybrid MMCs by using of composite metal boride reinforcement particles, *Materials Chemistry and Physics*, 288, 126377, (2022). <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.126377>.
- [16] Süzer, İ., Özçakıcı, Y.E., Tekinşen, A.S., Bayrak, K.C., Ülküseven, S.M., Çağırın, Ö.B., Öveçoğlu, M.L., Ağaoğulları, D. High entropy (HfTiZrVNb)B<sub>2</sub> ceramic particulate reinforced Al matrix composites: Synthesis, mechanical, microstructural and thermal characterization, *Ceramics International*, 50 (15), 26583-26595, (2024). <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.04.386>.
- [17] Akçay, B., Varol, T., Güler, o., Aks, H.C. Bor Karbür Takviyeli Al Esaslı Kompozitlerin Özellikleri Üzerine Bor Karbür Takviye Miktarının Etkisi, *El-Cezerî Fen ve Mühendislik Dergisi*, 9 (2), (869-881), 2022, DOI : 10.31202/ecjse.1023910
- [18] Pul, M. Alüminyum 7075 Matrisli Kompozitlerde SiC, B<sub>4</sub>C Ve TiB<sub>2</sub> Takviye Elemanlarının Mekanik Özelliklere Etkilerinin Karşılaştırılması, *Duzce University Journal of Science and Technology*, 7 (1), pp. 180-93, (2019). [doi:10.29130/dubited.431573](https://doi.org/10.29130/dubited.431573).