



The effect of induction heat treatment on mechanical and tribological properties of Si₃N₄ and graphene reinforced Al6061 matrix composites

Mahmut Can Şenel*^{ID}, Aleyna Taşkın^{ID}, Mehmethan Demir^{ID}, Mevlüt Gürbüz^{ID}

Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Ondokuz Mayıs University, 55200, Samsun, Türkiye

Highlights:

- Effect of induction heat treatment process
- Effect of graphene/Si₃N₄ content
- Tribological performance of Al6061-Si₃N₄-graphene

Keywords:

- Silicon nitride
- Aluminum
- Composite
- Powder metallurgy
- Wear

Article Info:

Research Article

Received: 02.01.2023

Accepted: 24.08.2023

DOI:

10.17341/gazimmfd.1226420

Correspondence:

Author: Mahmut Can Şenel
e-mail: mahmutcan.senel@omu.edu.tr
phone: + 0 362 312 1919 / 1035

Graphical/Tabular Abstract

In this study, Si₃N₄ (1-12% by weight) and graphene (0.15-0.45% by weight) reinforced Al6061 matrix composites were produced by induction hot pressing and powder metallurgy methods. Sintering and induction hot pressing processes were performed to increase the strength of the composite. Microstructural investigations and mechanical/tribological tests of the prepared samples were carried out. The hardness values of Al-9Si₃N₄-GNPs composites are given in Figure A. The highest hardness value (179±3 HV) and the lowest friction coefficient ($\mu \sim 0.25$) were determined in Al-9Si₃N₄-0.15GNP composite structure. The densest microstructure, the best mechanical properties (hardness, compressive strength, density) and the best tribological properties (wear rate, mass loss, friction coefficient) were determined in this composite.

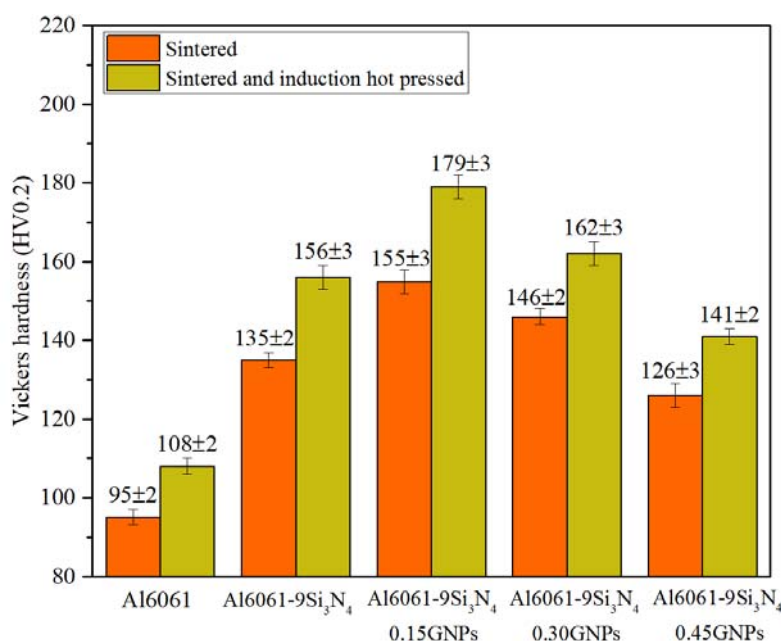


Figure A. Hardness values of Al-9%Si₃N₄-%GNPs composites

Purpose: This study investigates the effect of Si₃N₄/graphene reinforcement ratio, and induction heat working process on Si₃N₄ and graphene reinforced Al6061 matrix composites.

Theory and Methods: In this study, Al6061-Si₃N₄-graphene composites were produced by powder metallurgy and induction hot pressing methods.

Results: As a result of the mechanical tests carried out, the highest density, highest hardness, highest compressive strength were obtained in Al6061-9Si₃N₄-0.15%GNP composite. According to the results of the wear tests, the lowest wear rate, the lowest mass loss and the lowest friction coefficient were determined in this composite. After the graphene reinforcement ratio of 0.15%wt., the mechanical and tribological properties deteriorated due to the clustered graphene particles.

Conclusion: It has been observed that the Si₃N₄ and graphene reinforcement applied to the Al6061 matrix to a certain ratio and heat working with induction after sintering improves the mechanical and tribological properties of the composites.



İndüksiyonla sıcak işlemin Si_3N_4 ve grafen takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerine olan etkisi

Mahmut Can Şenel*^{ID}, Aleyna Taşkın^{ID}, Mehmethan Demir^{ID}, Mevlüt Gürbüz^{ID}

Onokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, 55200, Atakum, Samsun, Türkiye

Ö N E Ç I K A N L A R

- İndüksiyon ısıtma sürecinin etkisi
- Grafen/ Si_3N_4 içeriğinin etkisi
- Al6061- Si_3N_4 -grafenin tribolojik performansı

Makale Bilgileri

Araştırma Makalesi

Geliş: 02.01.2023

Kabul: 24.08.2023

DOI:

10.17341/gazimmfd.1226420

Anahtar Kelimeler:

Silisyum nitrid,
alüminyum,
kompozit,
toz metalürjisi,
aşınma

ÖZ

Yapılan bu çalışmada, indüksiyonla sıcak işlem ve toz metalürjisi yöntemleri ile Al6061 matrisli Si_3N_4 (ağırlıkça %1-12) ve grafen (ağırlıkça %0,15-0,45) takviyeli kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemelerin yoğunluğu, sertliği, basma dayanımı, aşınma direnci, mikroyapısı ve faz yapısı sırasıyla incelenmiştir. Yapılan testler sonucunda en yoğun mikroyapı, en iyi mekanik ve tribolojik özellikler Al6061-%9 Si_3N_4 -%0,15grafen kompozit yapıda elde edilmiştir. Yürütülen ısıtma işlemi çalışmalarının neticesinde ise; sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş numunelerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin yalnızca sinterlenmiş numunelere kıyasla ~%15 oranında iyileştiği tespit edilmiştir.

The effect of induction heat treatment on mechanical and tribological properties of Si_3N_4 and graphene reinforced Al6061 matrix composites

H I G H L I G H T S

- Effect of induction heat treatment process
- Effect of graphene/ Si_3N_4 content
- Tribological performance of Al6061- Si_3N_4 -graphene

Article Info

Research Article

Received: 02.01.2023

Accepted: 24.08.2023

DOI:

10.17341/gazimmfd.1226420

Keywords:

Silicon nitride,
aluminum,
composite,
powder metallurgy,
wear

ABSTRACT

In this study, Si_3N_4 (1-12% by weight) and graphene (0.15-0.45% by weight) reinforced Al6061 matrix composites were produced by the induction heat treatment and powder metallurgy methods. The density, hardness, compressive strength, wear rate, microstructure, and phase structure of the produced composite materials were investigated, respectively. As a result of the tests performed, the densest microstructure, and the best mechanical/tribological properties were obtained in Al6061-9% Si_3N_4 -0.15%graphene composite structure. As a result of the heat treatment studies, it was determined that the mechanical and tribological properties of the induction hot pressed samples after the sintering process improved by ~15% compared to only sintered samples.

*Sorumlu Yazar/Yazarlar / Corresponding Author/Authors : *mahmutcan.senel@omu.edu.tr, aleyna.taskin@omu.edu.tr, mehmethaan@gmail.com, mgurbuz@omu.edu.tr / Tel: +90 362 312 1919 / 1035

1. Giriş (Introduction)

Günümüzde gelişen teknoloji ve artan sanayileşmeyle beraber mühendislik malzemelerinden ve makine parçalarından daha fazla performans beklenmektedir. Bundan dolayı, katma değeri yüksek ve ileri teknolojik malzemelerin geliştirilmesi için çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Bu malzemelerden en önemlisi ise kompozit malzemelerdir [1]. Kompozit malzemeler, farklı üstün özellikleri olan ve birbiri içerisinde çözünmeyen çeşitli malzemelerin makro boyutta bir araya getirilmesiyle oluşan yapılardır. Amaç, kompoziti oluşturan bileşenlerde olmayan daha farklı ve daha iyi özelliklere sahip yeni bir malzeme elde etmektir. Kompozitler, matris malzeme ve takviye elemanı olmak üzere iki temel yapıdan oluşmakta olup matris türüne göre; metal, seramik ve polimer matrisli olmak üzere gruplandırılmaktadır. Metal matrisli kompozitler (MMK); düşük yoğunluk, yüksek korozyon direnci, yüksek rijitlik ve yüksek dayanım gibi özelliklerden dolayı uzay ve otomotiv sektörleri başta olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır. MMK'larda en yaygın kullanılan matris malzemeleri; bakır (Cu), titanyum (Ti), magnezyum (Mg), alüminyum (Al) ve alaşımlarıdır [2].

Al ve alaşımları; yoğunluğunun düşük olması ve kolay şekillendirilebilmesi nedeniyle matris malzemesi olarak kullanılmaktadır. Saf alüminyumun dayanımının düşük olması uygulamalarda kullanımını sınırlandırmaktadır. Bu sebeple saf alüminyumun özelliklerinin iyileştirilmesi için kompozit malzemelerde bor karbür (B₄C), silisyum nitrid (Si₃N₄), alümina (Al₂O₃) ve grafen gibi takviye malzemeleri kullanılmaktadır [3]. Si₃N₄, yüksek sıcaklıklarda mekanik özelliklerinin bozulmaması, yüksek ısı iletkenlik ve basma dayanımına sahip olması gibi üstün özelliklerinden dolayı seramikler arasında büyük bir öneme sahiptir. Yüksek aşınmanın gerçekleştiği rulmanlar, kesici takımlar ve yüksek sıcaklığın etkili olduğu parçalar başta olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır. Ayrıca Si₃N₄'ün uygulama alanı her geçen gün artmakta ve kompozit malzemelerde sıklıkla takviye elemanı olarak tercih edilmektedir [4]. Kullanılan diğer bir takviye elemanı olan grafen ise altı adet karbon halkasının bir araya gelmesiyle oluşur. Altıgen kafes yapısına sahip olan grafen, karbon atomunun iki boyutlu biçimidir. Grafen, 2004 yılında sentezlenen bir malzeme olmasına karşın kompozit yapılarda takviye elemanı olarak 2008 yılından itibaren kullanılmaya başlanmıştır. Günümüze kadar keşfedilen en güçlü yapı olan grafen; yüksek dayanıma ve iyi elektriksel özelliklere sahiptir. Grafenin kompozit yapı içerisinde kullanılmasının malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirdiği tespit edilmiştir [5].

Kompozit malzemeler, farklı yöntemlerle (sıvı infiltrasyon, püskürtme, toz metalürjisi vb.) üretilebilmektedir. Bu yöntemler arasında toz metalürjisi (TM) yöntemi, havacılık ve uzay sanayi başta olmak üzere birçok alanda kullanılmaktadır. TM, toz halinde bulunan maddelerin birtakım işlemler sonucunda kullanılabilir mühendislik malzemelerine dönüşmesini sağlamaktadır. Uygulama alanı oldukça geniş olan TM yöntemi, karmaşık ve hassas parça imalatına imkân sunması nedeniyle sıklıkla tercih edilmektedir. TM yönteminde geleneksel (katı hal) sinterleme yöntemleri, yüksek sıcaklıkta sinterleme süresinin uzun olması nedeniyle sinterlenmiş numunelerde tane büyümesine neden olmaktadır. Sinterleme sırasında tane büyümesini en aza indirmek için sinterleme sıcaklığının ve süresinin kontrol edilmesi gerekmektedir. Geleneksel sinterleme işlemlerinde kullanılan fırınların sinterleme sıcaklığında uzun süre sabit kalması, önemli ölçüde enerji maliyetine sebep olmaktadır. Bu gibi problemleri önlemek amacıyla farklı sinterleme metotları (spark plazma, sıcak presleme, mikrodalga indüksiyonla sinterleme) geliştirilmiştir. Bu metotlardan yüksek frekanslı indüksiyonla ısıtılmalı sinterleme yöntemi tane büyümesini olmaksızın oldukça kısa sürelerde istenilen sıcaklık ve sürede sinterleme işlemini gerçekleştirebilmektedir [6].

Bunun yanı sıra sıcaklık ve basıncın eş zamanlı uygulandığı sıcak presleme yöntemi, üstün aşınma direnci ve mekanik özelliklere sahip malzemeler üretmek için birçok çalışmada tercih edilmektedir [7-10]. Ancak indüksiyonla sıcak işlemin başarılı sonuç vermesi için sıcaklık kontrolünün yapılması gerekmektedir [11-14]. Çünkü bu işlemin etkili olmasını sağlayan en önemli etkenlerden biri sıcaklıktır. Eğer sıcaklık ve basınç doğru bir şekilde kontrol edilebilirse içyapıda dislokasyonların hareketi engellenerek malzemelerin mekanik ve tribolojik özellikleri iyileşebilmektedir.

Literatür incelendiğinde, Al-grafen [15-18] ve Al-Si₃N₄ [19-22] kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelendiği birçok çalışma bulunmaktadır. Bastwros vd. tarafından yapılan çalışmada Al6061 matrisli grafen takviyeli (ağırlıkça %1) kompozitlerin öğütme sürelerinin (10, 30, 60 ve 90 dk) eğme mukavemetine olan etkisi incelenmiştir. Al6061-grafen kompozitin mukavemet artışı Al6061 alaşımı ile kıyaslandığında 60 dk sürede %47 ve 90 dk sürede %34 olarak belirlenmiştir [15]. Khan vd. TM yöntemiyle ürettikleri, grafen nanotabaka (GNT, ağırlıkça %0,1, 0,5, 1 ve 3) takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Al6061 alaşımına kıyasla; Al6061-%1GNT kompozitin sertliğinin, basma mukavemetinin ve eğilme mukavemetinin sırasıyla; %93, %61 ve %92 oranında arttığı tespit edilmiştir [16]. Li vd. yüksek enerjili bilyeli öğütme ve vakumlu sıcak presleme yöntemlerini kullanarak ağırlıkça %0,25-1 grafen takviyeli Al esaslı kompozitler üretmişlerdir. Üretilen malzemelerin mikroyapıları ile mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Al-%0,25grafen kompozitin mekanik özellikleri (çekme ve akma dayanımı) saf Al ile kıyaslandığında sırasıyla %38 ve %56 oranında artış göstermiştir. Grafen takviye oranının artmasıyla kompozitlerin mekanik özelliklerinde bozulma tespit edilmiştir [17]. Hsieh vd. tarafından yapılan çalışmada sıcak ekstrüzyon yöntemiyle Al6061-GNT kompozitler üretilmiştir. GNT katkısının ve sıcak ekstrüzyon yönteminin kompozitin mekanik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Yapılan testler sonucunda %0,25GNT içeriğine sahip kompozitlerin Al6061 alaşımına kıyasla; sertliğinin, basma dayanımının ve aşınma direncinin sırasıyla; %6, %50 ve %17 oranlarında iyileştiği tespit edilmiştir [18]. Arık vd. yapmış oldukları çalışmada, toz metalürjisi metodu ile elde ettiği α-Si₃N₄ (ağırlıkça %5, 10, 15) takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin aşınma davranışını incelemişlerdir. Yapılan testler neticesinde; saf alüminyuma α-Si₃N₄ katkısıyla beraber kompozitlerin aşınma oranının azaldığı tespit edilmiştir. Ayrıca Al-%15Si₃N₄ kompozitin sertlik değeri (76,1 HB), saf Al ile kıyaslandığında %65 oranında artmıştır [19]. Öztop ve Gürbüz, çalışmalarında karıştırılmalı döküm metodunu kullanarak atık alüminyum kütularından ürettikleri alaşıma Si₃N₄ (ağırlıkça %0,5, 0,75, 1, 1,25, 2 ve 3) takviye etmişlerdir. Takviye oranının kompozitin yoğunluğuna, sertliğine ve mikroyapısına olan etkisini incelemişlerdir. Ağırlıkça %1 Si₃N₄ katkı oranına kadar mekanik özelliklerin iyileştiği ancak bu katkı oranından sonra yapı içerisinde oluşan topraklanmalar sebebiyle mekanik özelliklerin bozulduğu tespit edilmiştir [20]. Ramu vd. karıştırılmalı döküm tekniğini kullanarak Al6061 matrisli Si₃N₄ (ağırlıkça %1, 2, 3 ve 4) takviyeli kompozitler üretmişlerdir. Üretilen kompozitlere 3 geçişli eş kanallı açısız presleme (EKAP) uygulanıp mekanik özellikleri incelenmiştir. Takviye miktarının artmasına ve uygulanan EKAP işlemine bağlı olarak mekanik özelliklerin iyileştiği ve aşınma dayanımının arttığı belirlenmiştir [21]. Şenel vd. tarafından yapılan çalışmada toz metalürjisi yöntemiyle üretilen Si₃N₄ (ağırlıkça %3, 6, 9 ve 12) ve SiC (ağırlıkça %1-30) takviyeli Al matrisli kompozit malzemelerin mekanik özellikleri ve mikroyapısı incelenmiştir. Üretilen kompozitler arasında maksimum Vickers sertliği (79 HV) Al-%30SiC kompozit yapıda, maksimum basma dayanımı (292 MPa) ise Al-%9Si₃N₄ kompozit yapıda elde edilmiştir [22]. Literatür çalışmalarına bakıldığında; grafen ve Si₃N₄ takviyeli kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelendiği birçok çalışma

bulunmaktadır. Ancak toz metalürjisi ve indüksiyonla sıcak presleme yöntemlerinin birlikte kullanıldığı Al6061-Si₃N₄ ve Al6061-Si₃N₄-grafen kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerinin incelendiği herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

Bu çalışmada, Al6061 matrisli Si₃N₄ ve Si₃N₄-grafen katkılı kompozitler indüksiyonla sıcak presleme ve toz metalürjisi yöntemleriyle üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin mikroyapıları, mekanik (yoğunluk, Vickers sertliği, basma dayanımı) ve tribolojik (kütle kaybı, aşınma oranı, sürtünme katsayısı) özellikleri incelenmiştir.

2. Deneysel Metot (Experimental Method)

2.1. Malzemeler ve Hazırlama Teknikleri (Materials and Preparation Techniques)

Üretim sırasında kullanılan Al6061, Si₃N₄ ve grafen nano tabaka tozları sırasıyla; Nanografi Technology (Türkiye), Ube Industry (Japonya), Graphene Chemical Industry (Türkiye) firmasından temin edilmiştir. Matris malzemesi olarak kullanılan Al6061 alaşımının ortalama tane boyutu ~10 µm, ortalama yoğunluğu ~2,71 g/cm³ ve ergime sıcaklığı 660°C'dir. Takviye malzemesi olan Si₃N₄'ün yoğunluğu 3,17 g/cm³ ve sertliği 1450 HV'dir. Diğer takviye malzemesi olan grafen ise ortalama 120-150 m²/g yüzey alanına, 5-8 nm kalınlığa ve 5 µm nominal çapa sahiptir. Kullanılan malzemelerin (Al6061, Si₃N₄, grafen) özellikleri Tablo 1'de gösterilmiştir [23, 24].

Al6061-Si₃N₄, Al6061-Si₃N₄-grafen kompozitler ve Al6061 alaşımı TM yöntemiyle üretilmiştir (Şekil 1). İlk olarak takviye tozları etanol içerisinde ultrasonik karıştırıcıda 60 dk süresince karıştırılmıştır. Eş zamanlı olarak Al6061 tozu etanol içerisinde mekanik karıştırıcıyla 600 dev/dk hızda, 60 dk süresince dağıtılmıştır. Sonrasında etanol-takviye karışımı azar azar etanol-Al6061 karışımına eklenerek yüksek enerjili bilyalı değirmende 60 dk süresince öğütülmüştür. Karıştırılan tozlardan etanolü ayırmak için karışım, filtre kağıtları yardımıyla süzümüştür. Ardından toz karışım, etüvde 50°C sıcaklıkta 18 saat süresince kurutulmuştur. Kurutulan tozlar, içerisindeki topakların dağıtılması amacıyla agat havanda ezilip elenmiştir. Sonrasında tozlar, tek eksenli hidrolik preste yaklaşık 750 MPa basınç altında sıkıştırılarak 10x10x6 mm boyutlarında ham numuneler elde edilmiştir. Ham numunelere belirli dayanım kazandırmak için numuneler vakum altında (600°C sıcaklıkta, 60 dk süresince) sinterlenmiştir. Sinterleme işleminin ardından üretilen malzemelere indüksiyonla sıcak presleme işlemi uygulanarak mekanik özellikleri iyileştirilmiştir. Indüksiyon ısıtma makinesi, 50 Hz frekansa ve 25 kW çıkış gücüne sahiptir. Indüksiyonun sıcaklığını kontrol etmek amacıyla kızılötesi termometre kullanılmıştır. Indüksiyon ısıtma sisteminde kullanılan bakır bobin, 4 mm çapa ve 0,5 mm et kalınlığına sahiptir. Indüksiyon ısıtma makinesi ve 10 ton yük kapasiteli hidrolik pres entegre çalıştırılarak grafit kalıp içerisinde numunenin sıcak preslenmesi sağlanmıştır. Indüksiyonla sıcak presleme işlemi için 13,5x13,5 mm boyutlarındaki grafit kalıp kullanılmış olup sıcak işlem

25 MPa basınç altında 500°C sıcaklıkta 30 s süresince gerçekleştirilmiştir. Bu işlem sırasında indüksiyon cihazında; ısıtma süresi 41 s, bekleme süresi 30 s ve soğutma süresi 10 s olarak ayarlanmıştır. Indüksiyonla sıcak presleme sonrası (numune boyutu: 11,5x11,5x4,5 mm) pürüzsüz bir yüzey elde etmek amacıyla numuneler 600, 1200, 2000 SiC su zımparaları ile zımparalanmış ve 1 µm elmas solüsyon kullanılarak elmas çuha üzerinde parlatılmıştır. Son aşamada numunelere mekanik ve tribolojik testler uygulanıp numunelerin mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir.

2.1.1. Malzemelerin karakterizasyonu (Characterization of materials)

Bu bölümde üretilen malzemelerin karakterizasyonu kapsamında yoğunluk ölçümü, sertlik ölçümü, basma dayanımı testi ve aşınma testleri ile mikroyapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Kompozitlerin deneysel yoğunluğu (ρ_D) Arşimet prensibine göre belirlenmiştir (Eş. 1).

$$\rho_D = [m_K / (m_D - m_A)] \rho_W \quad (1)$$

Arşimet prensibiyle yoğunluk belirlenirken ilk olarak numunelerin suyun içerisindeki asılı kütleleri (m_A) ölçülmüştür. Sonrasında numunelerin suya doymuş kütlesi (m_D), kaynamış su içerisinde 3 saat bekledikten sonra hassas terazide tartılarak belirlenmiştir. Son olarak numunelerin kuru kütlelerini (m_K) belirlemek için numuneler etüv fırınında vakum altında (50°C sıcaklıkta, minimum 18 saat süresince) kurutulup tartılmıştır [25].

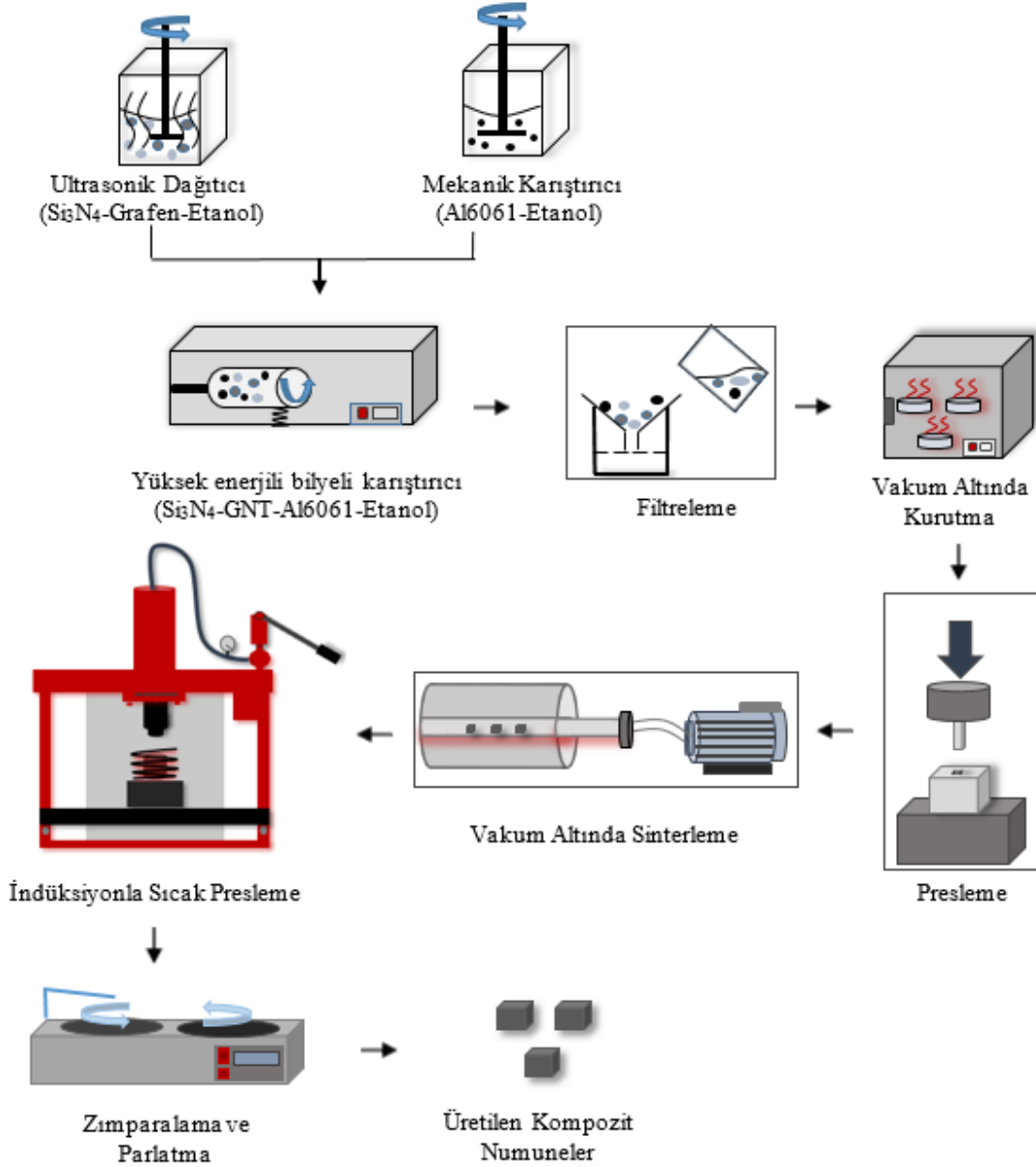
Al6061 alaşımı, Al6061-Si₃N₄ ve Al6061-Si₃N₄-grafen kompozitlerin sertliği Mikro Vickers sertlik ölçüm cihazıyla (HV1000B) belirlenmiştir. Kompozitlerin yüzeyine 15 s süresince 1,961 N (200 gf) yük uygulanmıştır. Yük kaldırıldıktan sonra yüzeyde oluşan kare tabanlı piramitin köşegen uzunlukları belirlenmiş ve bu uzunluklara göre kompozitlerin Vickers sertliği hesaplanmıştır. Her numune yüzeyinden yedi sertlik ölçümü yapılarak bu ölçümlerin ortalaması alınmış ve ortalama sertlik değeri belirlenmiştir. Üretilen kompozitlerin basma dayanımı Mares Tst-10t basma test makinesiyle belirlenmiştir. Kompozitlere 3 mm/dk basma hızında, 1 mm/dk ön yükleme hızında ve 5 MPa ön yüklemede basma testi (ASTM E9) uygulanmıştır. Basma test sonuçlarındaki rastlantısal hatayı ortadan kaldırmak amacıyla her numuneye en az üç adet basma testi uygulanmış olup numunelerin ortalama basma dayanımı belirlenmiştir.

Numunelerin kütle kaybı, aşınma oranı, sürtünme katsayısı Gunt TM260 pin-on disk aşınma test cihazıyla belirlenmiştir. Kütle kaybı (Δm), malzemenin aşınma öncesi kütlesinden (m_i), aşınma sonrası kütlesi (m_s) çıkarılarak elde edilmektedir. Kütle kaybı hesaplandıktan sonra hacimsel aşınma (ΔV), Eş. 2 ile tespit edilebilmektedir [26].

$$\Delta V = \Delta m / \rho_D \quad (2)$$

Tablo 1. Kullanılan malzemelerin özellikleri (Properties of the materials used)

Malzeme	Yoğunluk (g/cm ³)	Termal İletkenlik (W/(m ² K))	Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (HV0.2)
Al6061	2,71	167	69	107
Si ₃ N ₄	3,17	29	310	1450
Grafen	2,25	4840-5300	1000	-



Şekil 1. Al6061-Si₃N₄-grafen hibrit kompozitlerin üretim yöntemi (Production method of Al6061-Si₃N₄-graphene hybrid composites)

Aşındırıcı disk olarak 20 mm yarıçapında (r) disk (AISI304 paslanmaz çelik) kullanılmıştır. Diskin dönme hızı (n) 200 d/dk olup test süresi (t) 40 dakikadır. Böylece kayma mesafesi (L), yaklaşık 1000 m olarak hesaplanmaktadır. Aşınma oranı ise (W) Eş. 3'te gösterildiği gibi hacimsel aşınmanın (ΔV) uygulanan yük (F) ve kayma mesafesine (L) oranıdır [26].

$$W = \Delta V / (FL) \quad (3)$$

Tozların (Al6061, Si₃N₄, grafen) ve kompozitlerin (Al6061-Si₃N₄, Al6061-Si₃N₄-grafen, Al6061) mikroyapıları SEM cihazı (Jeol JSM-7001F) ile incelenmiştir. SEM cihazı 10-1000000 oranlarında büyütme ve 1,2-3 nm arasında çözünüme özelliğine sahiptir. Takviye elemanlarının matris içerisindeki dağılımını görüntüleyebilmek amacıyla SEM cihazı ile Enerji Dağılım X-ışını Spektroskopisi (EDX) analizi yapılmıştır. Ayrıca tozların ve kompozit malzemelerin faz

analizi X-ışını kırınımı (XRD) cihazı (Rigaku Smartlab) kullanılarak belirlenmiştir. Bu analizler 20-80° arasında, 2°/dk tarama hızında ve 0,154 nm dalga boyunda gerçekleştirilmiştir. Alüminyum hibrit kompozit yapılarında, grafenin varlığını doğrulamak amacıyla Raman spektroskopuyla 532 nm dalga boyunda Raman spektrum analizi gerçekleştirilmiştir.

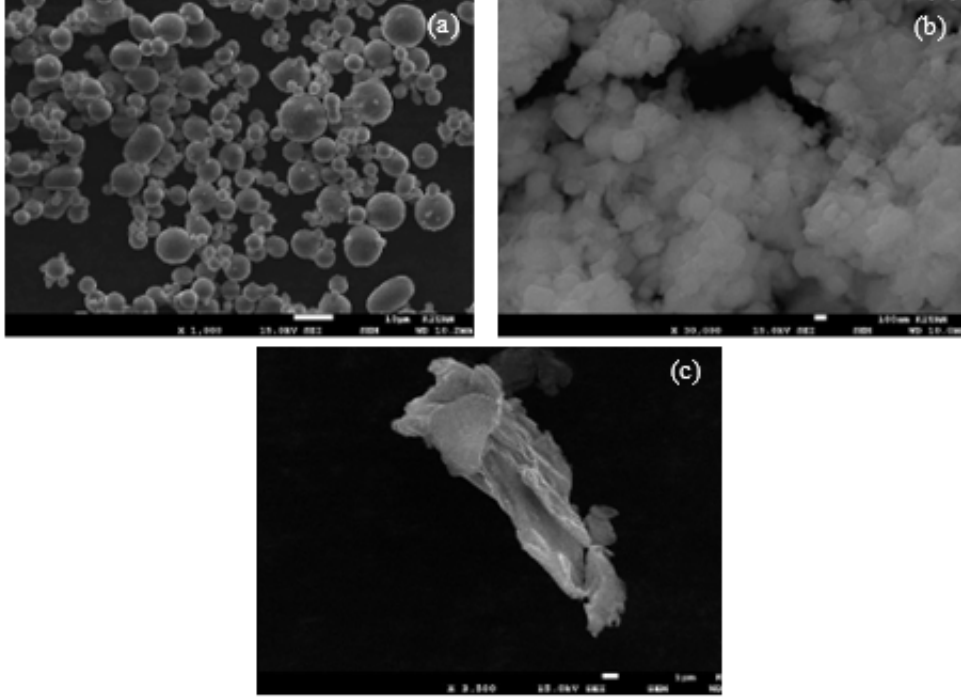
3. Sonuçlar ve Tartışmalar (Results and Discussions)

3.1. Tozların Karakterizasyonu (Characterization of Powders)

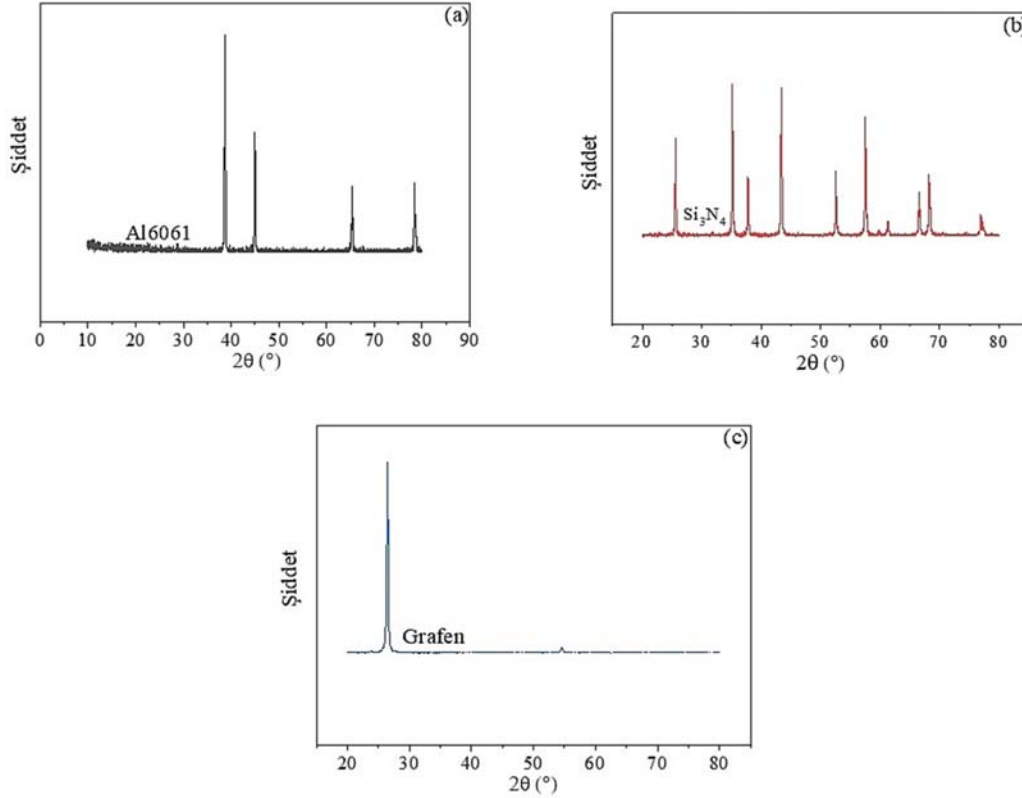
Alüminyum hibrit kompozit malzeme üretiminde kullanılan Al6061, Si₃N₄ ve grafen tozlarının SEM görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde Al6061 tozunun küresel morfolojide olduğu tespit edilmiştir. Si₃N₄ tozlarının küresel olmayan düzensiz kenar morfolojisinde ve grafen tozlarının ise plaka benzeri iki boyutlu yapıda olduğu görülmektedir.

Çalışmada kullanılan tozların XRD faz analizi Şekil 3'te verilmiştir. Bu analizlerde; alüminyum tozunun kırınım açılarının (2θ) 38° , 45° ,

66° , 78° , silisyum nitrürün kırınım açıları (2θ) 26° , 35° , 38° , 43° , 53° , 57° , 61° , 67° , 69° , 77° ve grafinin kırınım açısının (2θ) $26,5^\circ$



Şekil 2. Al6061 (a), Si₃N₄ (b) ve grafen (c) tozlarına ait SEM görüntüleri (SEM images of Al6061 (a), Si₃N₄ (b) and graphene (c) powders)



Şekil 3. Al6061 (a), Si₃N₄ (b) ve grafen (c) tozlarına ait XRD örgü desenleri (XRD lattice patterns of Al6061 (a), Si₃N₄ (b) and graphene (c) powders)

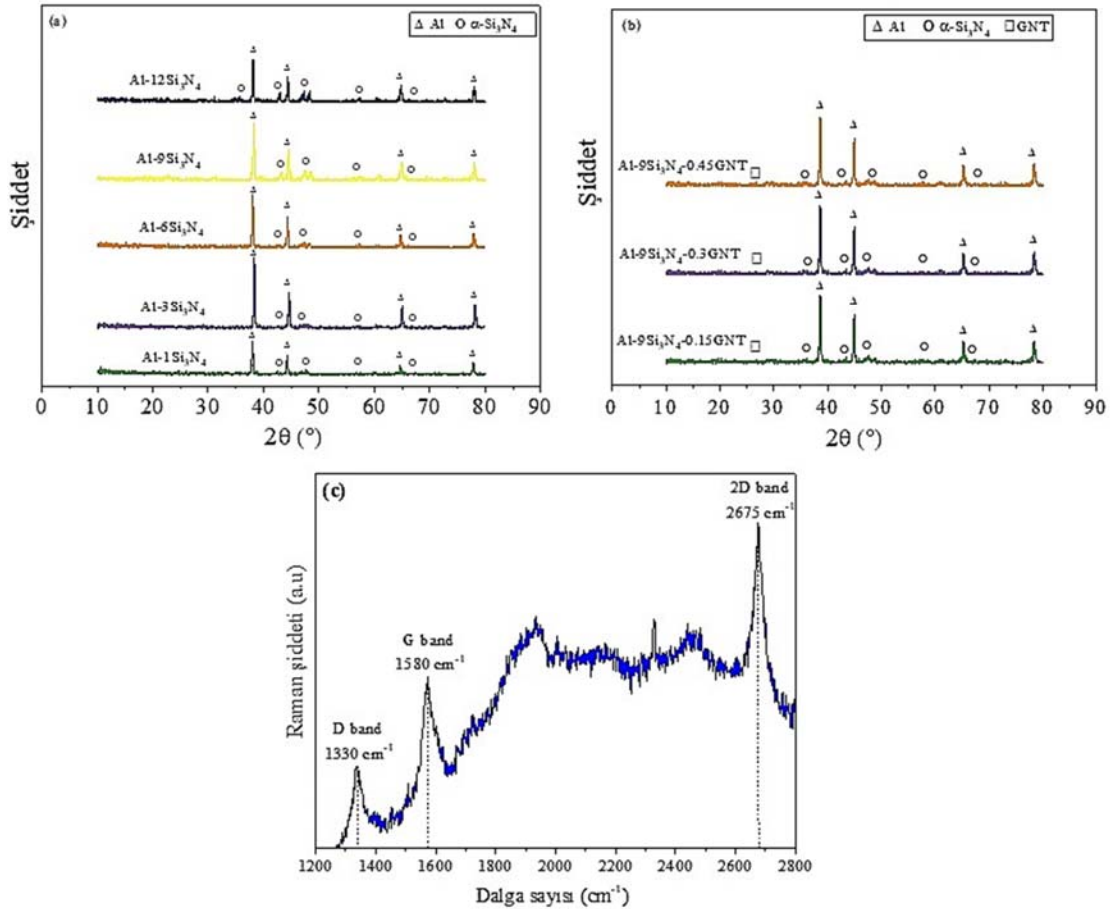
olduğu belirlenmiştir. Tozların kırınım açılarını belirlemek faz analizi açısından oldukça önemlidir. Faz analizi ile ısıtma işlemi sonrası matris ve takviye elemanı arasındaki tepkime hakkında bilgi edinilmektedir.

3.2. Kompozitlerin Karakterizasyonu (Characterization of Composites)

Al6061-Si₃N₄ ve Al6061-9Si₃N₄-xGNT (x=ağırlıkça %0,15, 0,30 ve 0,45) kompozitlere ait XRD örgü desenleri Şekil 4'te verilmiştir. Şekilde "Δ" simgesiyle Al, "O" simgesiyle Si₃N₄ ve "□" simgesiyle grafen sembolize edilmiştir. Si₃N₄ düşük sıcaklıklarda (1420°C'nin altında) α-Si₃N₄ yapıda bulunmaktadır. Toz metalürjisi yöntemiyle üretilen kompozit malzemeler 600°C sıcaklıkta sinterlenmiştir. Şekil incelendiğinde tüm piklerin alüminyuma ve α-Si₃N₄'e ait olduğu görülmektedir (Şekil 4a). Yürütülen XRD analizleri sonucunda Si₃N₄ ve GNT katkılı kompozitlerde istenmeyen Al₄C₃ gibi ikincil fazlara rastlanılmamıştır. XRD cihazının düşük hassasiyeti ve grafenin düşük katkı oranı sebebiyle kompozitlerde grafen pikine rastlanmamıştır (Şekil 4b). Bu sebeple grafenin varlığını doğrulamak amacıyla Raman spektrum analizi gerçekleştirilmiştir. Karbon esaslı malzemelerin ana bant aralığı 1200-2800 cm⁻¹ olduğundan bu bant aralığında Raman spektrum analizi yapılmıştır (Şekil 4c). Bu analiz sonucunda elde edilen kırınım değerleri (D bandı: 1330 cm⁻¹, G bandı: 1580 cm⁻¹, 2D bandı: 2675 cm⁻¹) grafenin varlığını doğrulamış olup elde edilen sonuçların literatürle uyumlu olduğu görülmüştür [27, 28]. Sinterlenmiş ve sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061 alaşımı ve Al6061-9Si₃N₄, Al6061-9Si₃N₄-xGNT (x=ağırlıkça %0,15 ve %30) kompozitlere ait SEM görüntüleri Şekil

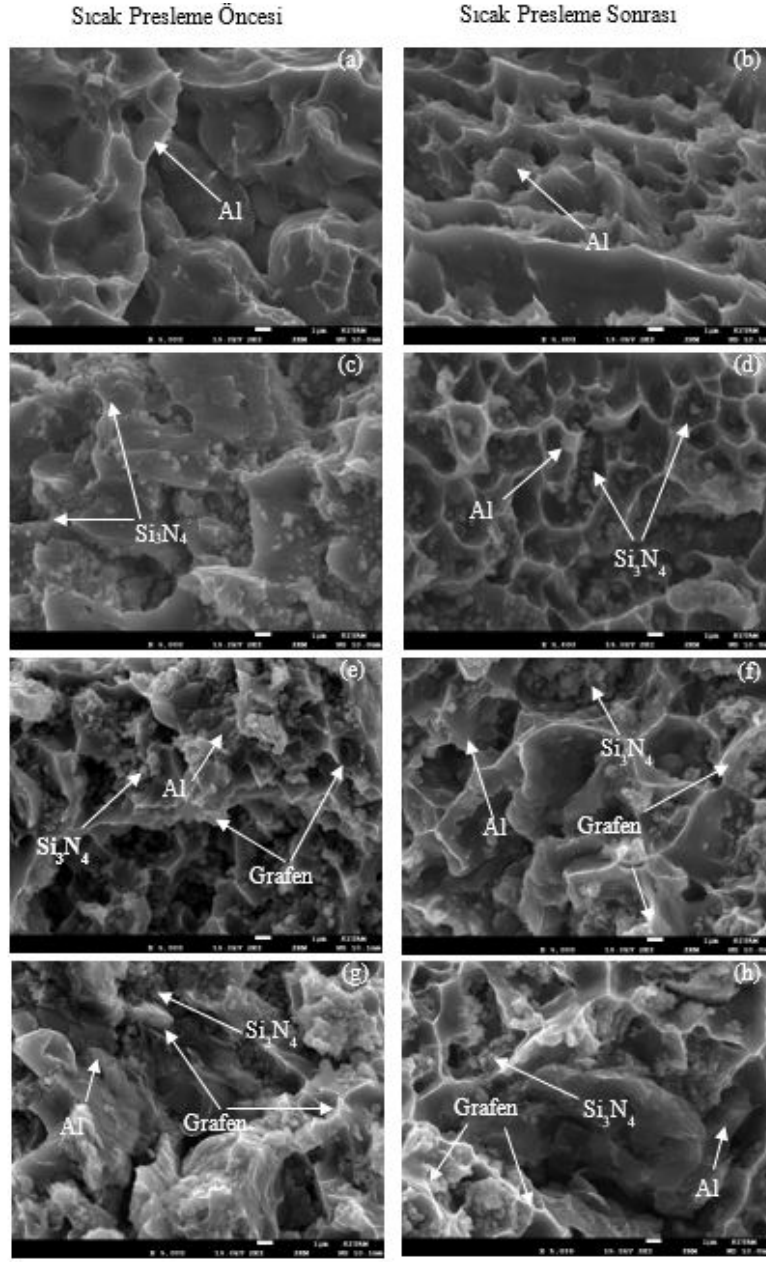
5'te gösterilmiştir. Kompozitlerin kırık yüzey görüntülerine bakıldığında, Al6061 ile Si₃N₄ tanecikleri arasında arayüz etkileşiminin oldukça güçlü olduğu görülmektedir. Sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işlemi uygulanmış kompozitlerde taneler arasında daha güçlü boyun oluşumu belirlenmiştir. Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozit yapılarına ait SEM görüntülerinde ağırlıkça %0,15 grafen takviyeli kompozit yapıda tanecikler homojen şekilde dağılırken, ağırlıkça %0,30 grafen takviyeli kompozitte gözenek ve topaklanma oluşumu gözlemlenmiştir. Sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işlemi sonucu tanecikler arasında kuvvetli ara yüzey bağlarının oluştuğu ve taneciklerin yönlendiği tespit edilmiştir. SEM analizlerinin mekanik testleri doğruladığı sonucuna varılmıştır.

Sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,45GNT kompozit yapının SEM-EDX element dağılım haritası Şekil 6'da verilmiştir. Kompozit numunenin kırık yüzeyinde gerçekleştirilen SEM-EDX analizlerinde her element (Al, C, Mg, Si, O ve N) farklı renk ile gösterilmiştir. Element dağılım haritasında Al6061 matris malzemesinin ana elementleri olan Al, Mg ve Si yapı içerisinde görülmektedir. Takviye elemanlarına ait Si₃N₄'ün bileşenleri olan Si ve N ile karbon elementinin bir allotropu olan grafenin varlığı SEM-EDX analizi ile belirlenmiştir. Element dağılım haritaları incelendiğinde yeşil renkteki dağılımların yoğun olarak bulunduğu bölgede, grafenin topaklandığı tespit edilmiştir. Kompozitin mekanik özelliklerinin bozulmasına sebep olan bu topaklanmalar, SEM-EDX analizi ile doğrulanmıştır.



Şekil 4. (a) Al6061-Si₃N₄, (b) Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlerin XRD örgü desenleri ve (c) Al6061-9Si₃N₄-0.45GNT kompozitin Raman spektrum analizi

((a) XRD lattice patterns of Al6061-Si₃N₄, (b) Al6061-9Si₃N₄-0.45GNPs composites and (c) Raman spectrum analysis of Al6061-9Si₃N₄-0.45GNPs)



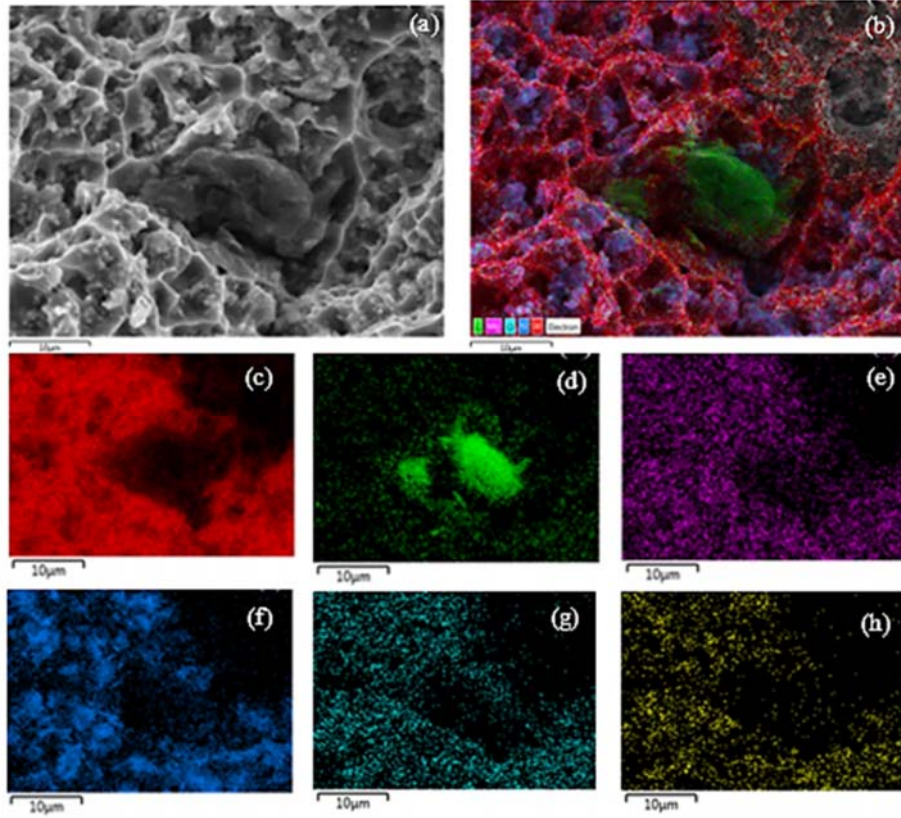
Şekil 5. Al6061 alaşımı ve Al6061-Si₃N₄, Al6061-Si₃N₄-GNT kompozitlere ait induksiyonla sıcak presleme öncesi ve sonrası SEM görüntüleri: (a) Al6061, (b) Al6061-i, (c) Al6061-9Si₃N₄, (d) Al6061-9Si₃N₄-i, (e) Al6061-9Si₃N₄-0.15GNT, (f) Al6061-9Si₃N₄-0.15GNT-i, (g) Al6061-9Si₃N₄-0.30GNT, (h) Al6061-Si₃N₄-0.30GNT-i (x5000 büyütme) (SEM images of Al6061 alloy and Al6061-Si₃N₄, Al6061-Si₃N₄-GNPs composites before and after induction hot pressing: (a) Al6061, (b) Al6061-i, (c) Al6061-9Si₃N₄, (d) Al6061-9Si₃N₄-i, (e) Al6061-9Si₃N₄-0.15GNPs, (f) Al6061-9Si₃N₄-0.15GNPs-i, (g) Al6061-9Si₃N₄-0.30GNPs, (h) Al6061-9Si₃N₄-0.30GNPs-i (x5000 magnification))

3.3. Mekanik Test Sonuçları (Mechanical Test Results)

Takviye oranına ve ısıl işlem türüne (sinterleme, induksiyonla sıcak presleme) bağlı olarak Al6061 matrisli kompozitlerin deneysel yoğunluk ve gözeneklilik oranları Tablo 2’de verilmiştir. Sinterlemenin etkisiyle Si₃N₄ takviyeli Al6061 matrisli kompozitlerde deneysel yoğunluğun arttığı ve gözeneklilik oranının azaldığı belirlenmiştir. Maksimum yoğunluk (2,67 g/cm³) ve minimum gözeneklilik oranı (%2,7); sinterleme sonrası induksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄ kompozit yapıda elde edilmiştir. Bu nedenle grafen katkısının kompozitin yoğunluğuna, gözeneklilik

oranına, sertliğine ve basma dayanımına etkisini incelemek için %9 Si₃N₄ en uygun katkı oranı olarak tercih edilmiştir.

Al6061-9Si₃N₄-GNT hibrit kompozitlerde sinterlemenin ve induksiyonla sıcak preslemenin etkisiyle kompozitlerin yoğunluklarının arttığı, gözeneklilik oranlarının düştüğü belirlenmiştir. Al6061-9Si₃N₄’ün deneysel yoğunluğu, grafen takviyesiyle artmıştır. Minimum gözeneklilik oranına (%2,5) ve maksimum deneysel yoğunluğa (2,69 g/cm³) sinterleme sonrası induksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT hibrit kompozitte ulaşılmıştır. Ancak bu takviye oranından sonra kompozit



Şekil 6. Sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenenen Al6061-9Si₃N₄-0,45GNT kompozite ait (a) SEM görüntüsü, (b) SEM-EDX görüntüsü ve (c-h) element dağılım haritaları
(a) SEM image, (b) SEM-EDX image and (c-h) element distribution maps of induction hot pressed Al6061-9Si₃N₄-0,45GNPs composite after sintering)

Tablo 2. Al6061-Si₃N₄ ve Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlerde ısı işleme türüne bağlı olarak yoğunluğun ve gözeneklilik oranının değişimi

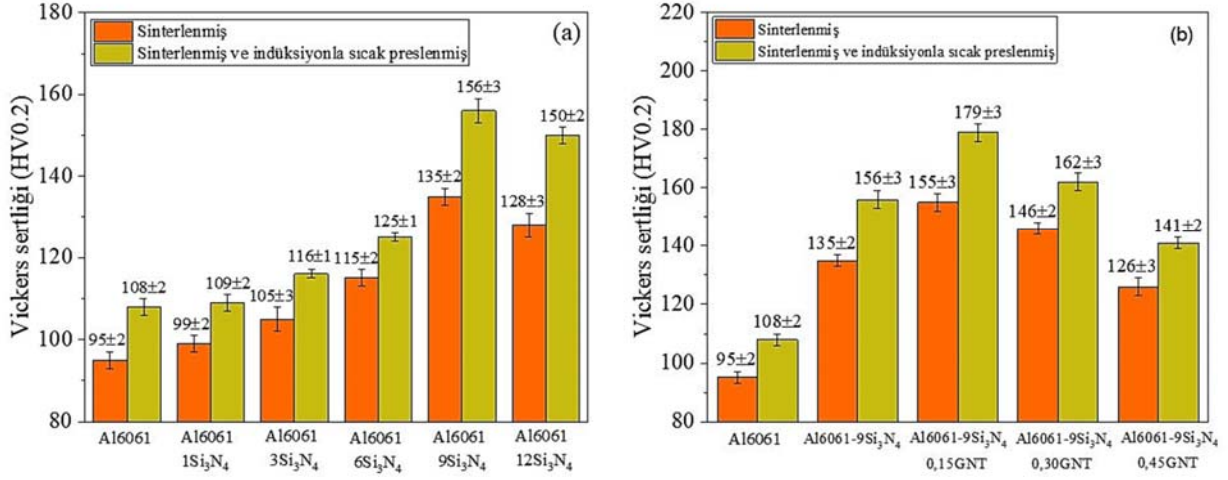
(Variation of density and porosity ratio in Al6061-Si₃N₄ and Al6061-9Si₃N₄-GNPs composites depending on the heat treatment type)

Malzeme	Sinterleme Öncesi Yoğunluk (g/cm ³)	Sinterleme Sonrası Yoğunluk (g/cm ³)	Sinterleme ve İndüksiyonla Sıcak Presleme Sonrası Yoğunluk (g/cm ³)	Sinterleme Öncesi Gözeneklilik Oranı (%)	Sinterleme Sonrası Gözeneklilik Oranı (%)	Sinterleme ve İndüksiyonla Sıcak Presleme Sonrası Gözeneklilik Oranı (%)
Al6061	2,54	2,55	2,57	5,93	5,56	4,81
Al6061-1Si ₃ N ₄	2,58	2,59	2,6	4,62	4,25	3,88
Al6061-3Si ₃ N ₄	2,59	2,61	2,62	3,90	3,15	2,78
Al6061-6Si ₃ N ₄	2,63	2,64	2,65	3,66	3,30	2,93
Al6061-9Si ₃ N ₄	2,65	2,66	2,67	3,46	3,10	2,73
Al6061-12Si ₃ N ₄	2,55	2,56	2,58	7,61	7,25	6,52
Al6061-9Si ₃ N ₄ -0,15GNT	2,67	2,68	2,69	3,19	2,83	2,47
Al6061-9Si ₃ N ₄ -0,30GNT	2,62	2,64	2,66	4,93	4,21	3,48
Al6061-9Si ₃ N ₄ -0,45GNT	2,59	2,6	2,61	5,95	5,59	5,23

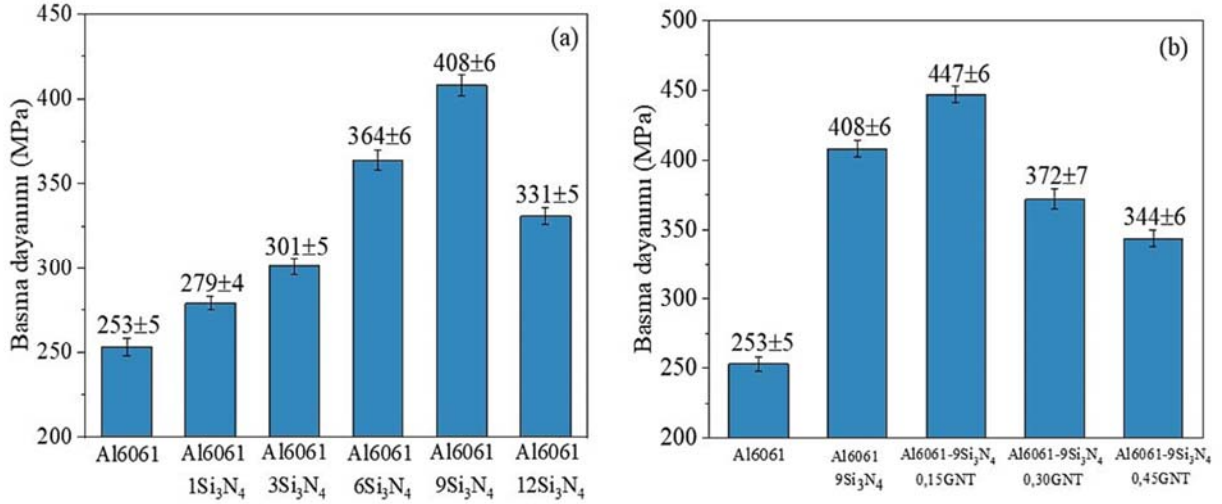
yapıda grafenin topaklanmasına bağlı olarak deneysel yoğunluk değerinde düşüş ve gözeneklilik oranında artış gerçekleşmiştir.

Al6061-Si₃N₄ kompozitlerin ısı işleme türüne (sinterleme, indüksiyonla sıcak presleme) bağlı olarak Vickers sertlik değerleri Şekil 7a'da verilmiştir. Şekle göre en yüksek sertlik değeri (156±3 HV) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄ kompozitte elde edilmiştir. Ancak ağırlıkça %9Si₃N₄ takviyesinden

sonra Si₃N₄'ün kümelenmesi nedeniyle kompozitlerin Vickers sertliğinin azaldığı saptanmıştır. Şekil 7b'de Al6061-Si₃N₄-GNT kompozitlerin ısı işleme türüne (sinterleme, indüksiyonla sıcak presleme) bağlı olarak Vickers sertlikleri verilmiştir. En yüksek Vickers sertliği (179±3 HV) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT hibrit kompozit yapıda elde edilmiştir. En yüksek Vickers sertliği (179±3 HV) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT hibrit



Şekil 7. (a) Al6061-Si₃N₄ ve (b) Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlerde ısı işleme türüne bağlı olarak Vickers sertliğinin değişimi (Variation of Vickers hardness in (a) Al6061-Si₃N₄ and (b) Al6061-9Si₃N₄-GNPs composites depending on heat treatment type)



Şekil 8. (a) Al6061-Si₃N₄ ve (b) Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlerin basma dayanımı değerleri (Compressive strength variations of (a) Al6061-Si₃N₄ and (b) Al6061-9Si₃N₄-GNPs composites)

kompozit yapıda elde edilmiştir. Al6061 esaslı kompozitlerin sertliğinin artmasında, takviye elemanlarının matris içerisinde homojen şekilde dağılmasının, Si₃N₄ partiküllerinin yüksek sertliğinin ve ısı işlemlerin etkili olduğu tespit edilmiştir. Ağırlıkça %0,15 oranında grafen takviyesinden sonra grafen tabakalarının üst üste istiflenmesi kolay kaymaya neden olmuş ve bu durum da kompozitin Vickers sertliğini düşürmüştür. Kompozit yapıların sertliği (H_c) Eş. 4'te verilen karışım kuralı ile belirlenmiştir. Eşitlikte H_m ve H_r matris ve takviye elemanlarının sertliğini, f_m ve f_r ise matris ve takviye elemanının hacimsel oranını ifade etmektedir [26].

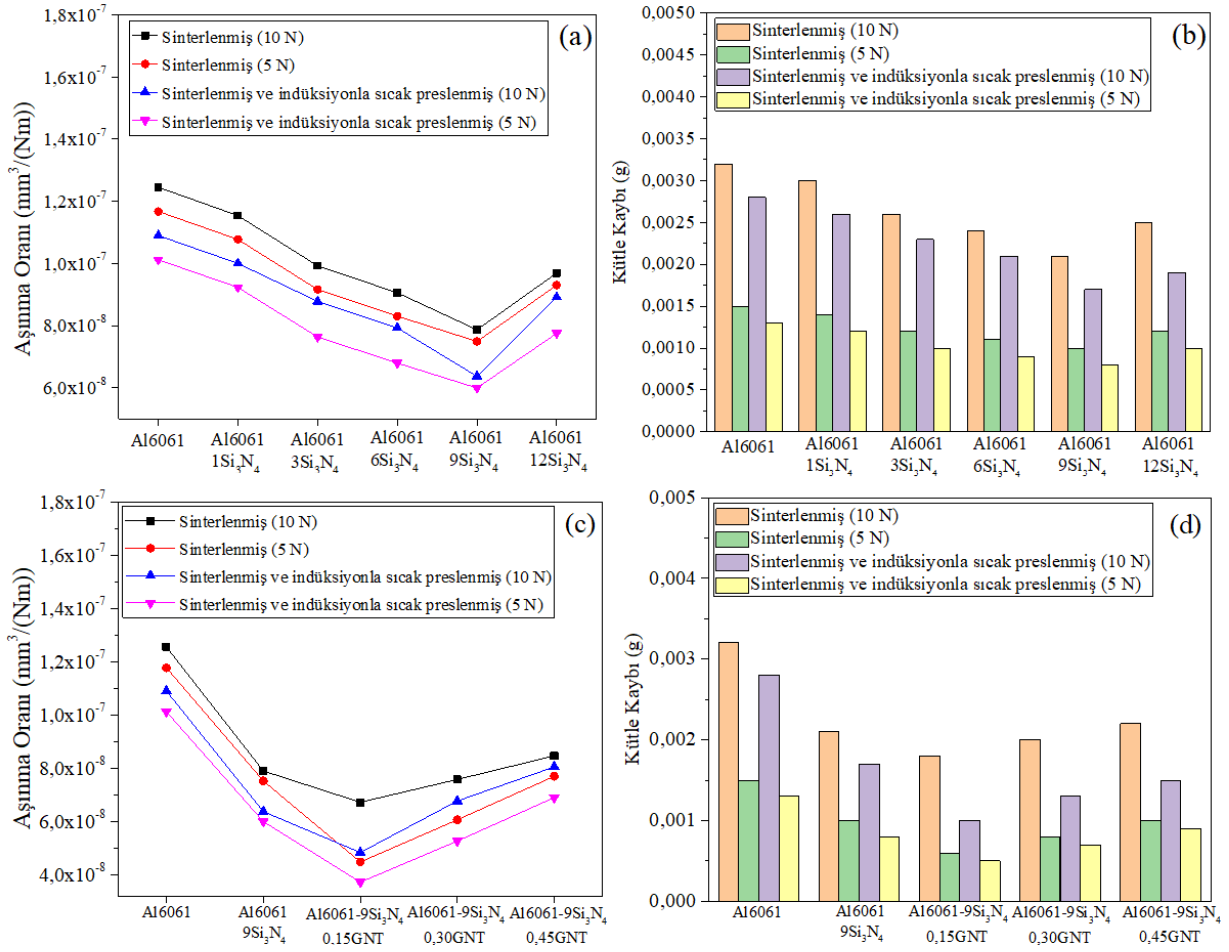
$$H_c = H_m f_m + H_r f_r \quad (4)$$

Kompozit yapıların sertliği (H_c), Eş. 5'te verilen dislokasyon yoğunluk mekanizması ile artırılabilir. Yapı içerisinde yoğunluğu artan dislokasyonlar birbirlerini zorlamakta ve malzemenin şekil değişimine karşı gösterdiği direnç artmaktadır. Böylece kompozit yapının sertliğinde artış gerçekleşmektedir. Burada α , G , h değerleri malzeme sabitlerini, ρ dislokasyon yoğunluğunu, b ise Burger vektörünü ifade etmektedir [26].

$$H_c = Gb\alpha\sqrt{\rho} + h\sqrt{td} \quad (5)$$

Al6061-9Si₃N₄ ve Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlerin basma dayanımı değerleri Şekil 8a ve Şekil 8b'de verilmiştir. Al-Si₃N₄ kompozitleri arasında en yüksek basma dayanımına (408±6 MPa) Al-%9Si₃N₄ kompozit yapıda ulaşılmıştır. Ancak mikron altı boyuta sahip Si₃N₄'ün topaklanma eğilimi göstermesinden dolayı %12Si₃N₄ katkı oranında basma dayanımı %18,87 oranında azalmıştır. Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlerin basma dayanımı değerleri (Şekil 8b) incelendiğinde; en yüksek basma dayanımının (447±6 MPa) Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozit yapıda elde edildiği görülmektedir.

Bu kompozit yapıdaki basma dayanımı, Al6061 alaşımına (253±5 MPa) kıyasla %76,67 oranında artmıştır. Plastik deformasyon sırasında grafenin topaklanması sebebiyle grafen katkı oranının artmasıyla kompozitin basma dayanımı düşmüştür. Kompozit malzemelerin dayanımını artırmak için birçok mekanizma (tane inceltme, yük transferi, termal uyumsuzluk, Orowan güçlendirme) bulunmaktadır. Kompozitin dayanımı (σ_c) Eş. 6 ile bulunabilir.



Şekil 9. Isıl işlem türüne bağlı olarak Al6061 alaşımına ve Al6061-9Si₃N₄, Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlere ait (a, c) aşınma oranı ve (b, d) kütle kaybı değerleri
 ((a, c) Wear rate and (b, d) mass loss values of Al6061 alloy and Al6061-9Si₃N₄, Al6061-9Si₃N₄-GNPs composites depending on the heat treatment type)

$$\sigma_c = \sigma_m + \sqrt{\Delta\sigma_L^2 + \Delta\sigma_H^2 + \Delta\sigma_T^2 + \Delta\sigma_O^2} \quad (6)$$

Bu eşitlikte σ_M matris malzemesinin dayanımını, $\Delta\sigma_L$, $\Delta\sigma_H$, $\Delta\sigma_T$, $\Delta\sigma_O$ ise sırasıyla yük transferi, tane inceltme, termal uyumsuzluk ve Orowan mekanizmasından dolayı kompozitin dayanımındaki artışı ifade etmektedir [25]. Yük transfer mekanizması Eş. 7 ile belirlenebilmektedir.

$$\sigma_L = 0.5f_r\sigma_M \quad (7)$$

Burada f_r takviye malzemesinin hacimsel oranı ve σ_{YM} ise matris malzemesinin akma dayanımıdır. Matris malzemesi (Al6061) hasara uğradıktan sonra yük takviye elemanlarına (Si₃N₄ ve GNT) transfer olmaktadır. Matris ile takviye elemanları arasında güçlü arayüzey bağı oluşmaktadır. Böylece kompozitin dayanımı artmaktadır [25].

Kompozitlerin dayanımını artıran diğer bir mekanizma ise Hall Petch (Eş. 8) denklemi ile açıklanan tane inceltme mekanizmasıdır. Yapı içerisindeki taneler incelendiğinde tane sınırı sayısı artmaktadır. Takviye elemanlarının tane sınırı sayısının artmasıyla dislokasyonlar kolay hareket edememekte ve kompozitin dayanımı artmaktadır. Eş. 8'de k malzeme sabitini, d ise ortalama tane çapını ifade etmektedir [29].

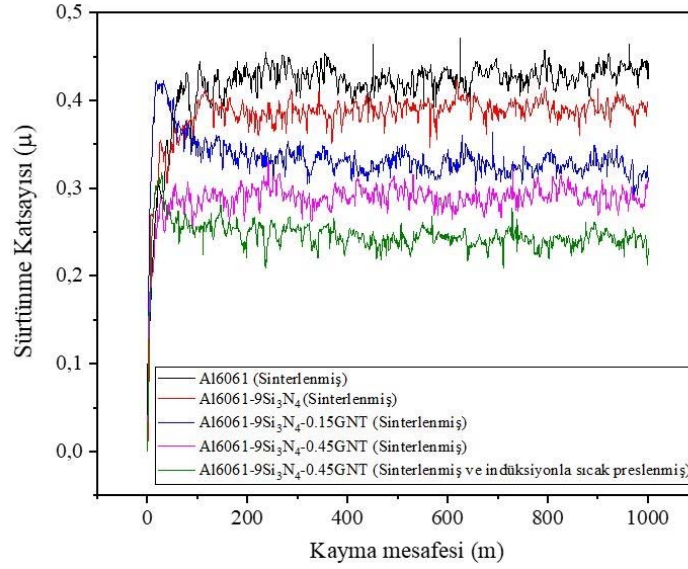
$$\sigma_{GR} = kd^{-1/2} \quad (8)$$

Kompozit malzemelerde matris ve takviye elemanı arasındaki termal uyumsuzluk da kompozitin dayanımını etkileyen önemli etkenlerden biridir. Termal uyumsuzluk nedeniyle yapı içerisindeki dislokasyon yoğunluğunun artmasıyla plastik deformasyona karşı direnç artmaktadır. Matris ile takviye malzemesi arasındaki termal uyumsuzluğun dayanıma katkısı ($\Delta\sigma_{CTE}$) Eş. 9 ile belirlenebilmektedir.

$$\Delta\sigma_{CTE} = 4.33Gb\sqrt{\frac{\Delta T(\Delta CTE)V}{bd}} \quad (9)$$

Bu eşitlikte G matris malzemesinin kayma modülü, ΔT üretim sıcaklığı ve oda sıcaklığı arasındaki fark, ΔCTE ise matris ve takviye malzemesi arasındaki termal uyumsuzluktur [30, 31]. Matris ile takviye elemanları arasında dislokasyon yoğunluğunun artması ile Orowan döngüleri oluşmaktadır. Bu döngüler dislokasyon hareketini engellemekte ve kompozitin dayanımını artırmaktadır. Orowan güçlendirme mekanizması Eş. 10'da verilmiştir:

$$\sigma_O = 0.13(Gb/\lambda)\ln(r/b) \quad (10)$$



Şekil 10. Isıl işlem türüne bağlı olarak Al6061 alaşımına ve Al6061-9Si₃N₄, Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlere ait sürtünme katsayısı eğrileri (P= 5 N)
(Friction coefficient curves of Al6061 alloy, and Al6061-9Si₃N₄, Al6061-9Si₃N₄-GNPs composites depending on the heat treatment type (P= 5N))

Burada λ takviye elemanının taneleri arasındaki mesafeyi, r ise tanelerin yarıçapını ifade etmektedir [32]. Taneler arasındaki mesafe kompozitin mekanik özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Eş. 11 ile belirlenen taneler arasındaki mesafenin azalmasıyla kompozitin dayanımı artmakta ve mekanik özellikler iyileşmektedir [26].

$$\lambda = [4r(1-f_r)]/3f_r \quad (11)$$

Ayrıca taneler arasındaki mesafe kompozitin kayma dayanımına da bağlıdır. Taneler arası mesafe ile kayma dayanımı arasındaki ilişki Eş. 12'de verilmiştir. Kayma dayanımının artmasıyla taneler arasındaki mesafe azalmaktadır. Böylece kompozitin dayanımı artmaktadır.

$$\tau_0 = bG/\lambda \quad (12)$$

3.4. Aşınma Test Sonuçları (Wear Test Results)

Al6061-Si₃N₄ ve Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozit yapıların indüksiyonla sıcak presleme öncesi ve sonrası aşınma oranı ve kütle kaybı değişimi Şekil 9a, Şekil 9b'de gösterilmiştir. Şekil 9a, Şekil 9b incelendiğinde uygulanan yüklerle birlikte aşınma oranının (W) ve kütle kaybının (Δm) arttığı tespit edilmiştir. En düşük aşınma oranı ($6 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$) ve kütle kaybı (0,0008 g) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄ kompozit yapıda 5 N yüklemde belirlenmiştir. Şekil 9c, Şekil 9d'ye göre Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitler arasında en düşük aşınma oranı ($3,7 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/(\text{Nm})$) ve kütle kaybı (0,0005 g) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş %9 Si₃N₄ ve %0,15 GNT takviyeli Al6061 matrisli kompozit yapıda 5 N yüklemde tespit edilmiştir. Ancak artan grafen takviyesiyle aşınma oranı ve kütle kaybı yükselmiştir. Bunun sebebi ise grafenin topaklanma eğilimine girmesi ve matris içerisinde grafen kümelerinin oluşmaya başlamasıdır. Kompozitlerin aşınma oranı ve sertliği arasında bir ilişki bulunmaktadır. Archard eşitliği (Eş. 13) ile açıklanan bu ilişkiye göre malzemenin sertliğinin artmasıyla kompozitin aşınma oranı azalmakta ve tribolojik özellikleri iyileşmektedir. Maksimum sertlik (179 HV), Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozitte tespit edilmiştir. Bundan dolayı en düşük

aşınma oranı da bu kompozit yapıda belirlenmiştir. Archard eşitliğinde (Eş. 13); F uygulanan yükü, μ sürtünme katsayısını, L kayma mesafesini, H ise sertliği ifade etmektedir [26].

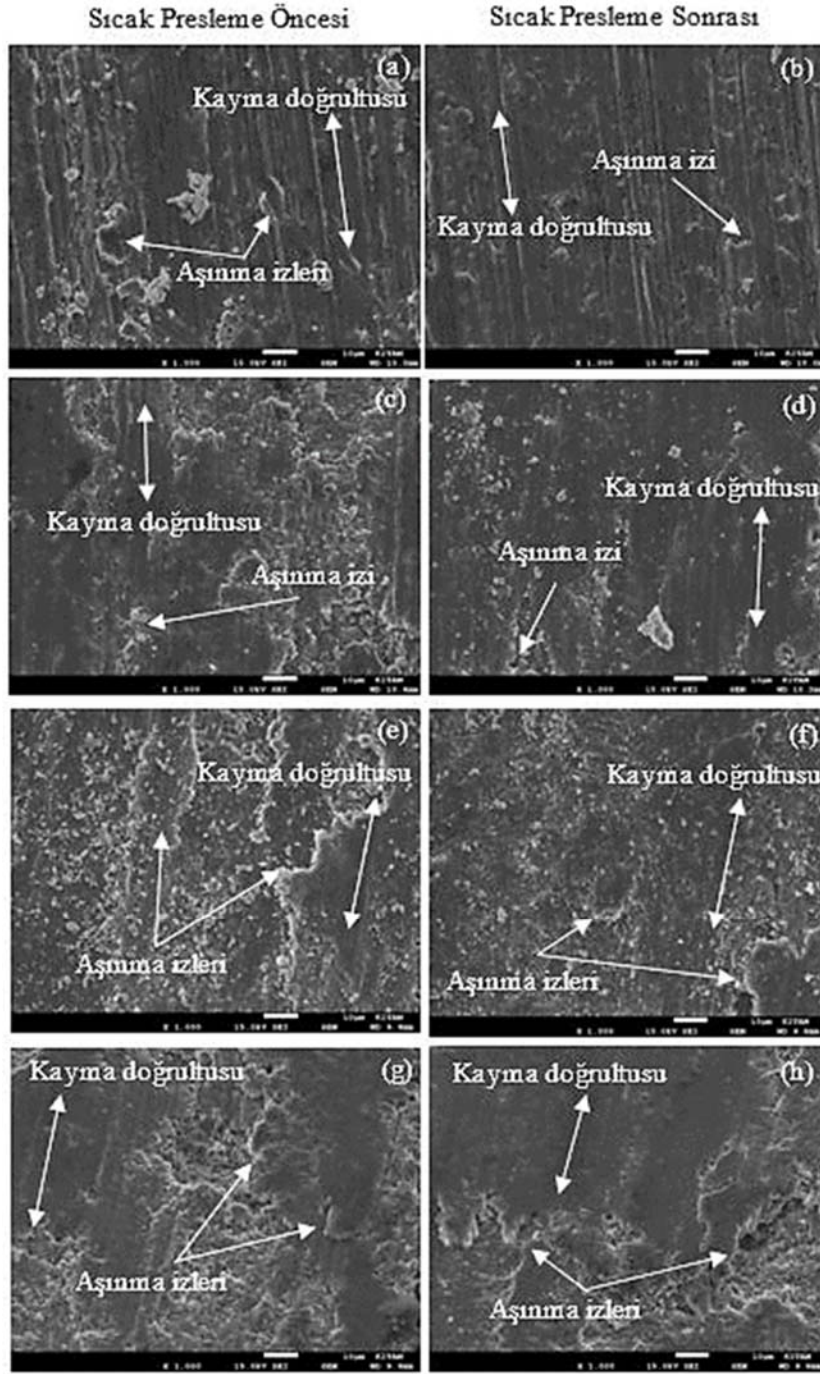
$$\Delta V = F \times \mu \times L / H \quad (13)$$

Si₃N₄ ve GNT takviyeli Al6061 matrisli kompozitler üzerinde yapılan aşınma testlerinde minimum sürtünme katsayısı ($\mu \sim 0,25$) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,45GNT kompozit yapıda tespit edilmiştir (Şekil 10). Sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işleminin, kompozitin sürtünme katsayısını düşürmede etkili bir proses olduğu görülmüştür. Ayrıca grafenin katı yağlayıcılık etkisi sebebiyle artan grafen katkısıyla sürtünmenin azaldığı belirlenmiştir.

Al6061-9Si₃N₄ ve Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozit yapıların indüksiyonla sıcak presleme öncesi ve sonrası aşınma görüntüleri Şekil 11'de gösterilmiştir. Abrasif aşınma izlerine bakıldığında, en düşük deformasyonun sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işlemi uygulanan Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozit yapıda olduğu gözlenmiştir. Aynı malzemeler esas alınıp uygulanan aşınma yükü artırıldığında (10 N) ise izlerin derinleştiği tespit edilmiştir. SEM görüntülerindeki aşınma izleri, aşınma testlerini doğrulamaktadır.

4. Sonuçlar (Conclusions)

Bu çalışmada ağırlıkça %1-12 Si₃N₄ takviyeli Al6061 esaslı kompozitler indüksiyonla sıcak presleme ve toz metalürjisi yöntemiyle üretilmiştir. Gerçekleştirilen testler neticesinde en iyi mekanik özelliklerin elde edildiği (yoğunluk, Vickers sertlik, basma dayanımı ve aşınma davranışı) Si₃N₄ katkı oranı (ağırlıkça %9) tespit edilip, bu orana ağırlıkça %0,15-0,45GNT takviye edilerek Al6061 matrisli hibrit kompozitler üretilmiştir. Si₃N₄/GNT katkı oranı ile ısıl işlem proseslerinin (sinterleme, indüksiyonla sıcak presleme) kompozit malzemelerin yoğunluğuna, Vickers sertliğine, basma dayanımına, aşınma oranına (P=5 ve 10 N yüklem için), sürtünme katsayısına, mikroyapısına olan etkisi araştırılmış ve elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir:



Şekil 11. İndüksiyonla sıcak presleme öncesi ve sonrası (a) Al6061-9Si₃N₄, (b) Al6061-9Si₃N₄-i, (c) Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT, (d) Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT-i, (e) Al6061-9Si₃N₄-0,30GNT, (f) Al6061-9Si₃N₄-0,30GNT-i, (g) Al6061-9Si₃N₄-0,45GNT, (h) Al6061-9Si₃N₄-0,45GNT-i kompozitlere ait aşınma izleri

(Wear traces of (a) Al6061-9Si₃N₄, (b) Al6061-9Si₃N₄-i, (c) Al6061-9Si₃N₄-0.15GNPs, (d) Al6061-9Si₃N₄-0.15GNPs-i, (e) Al6061-9Si₃N₄-0.30GNPs, (f) Al6061-9Si₃N₄-0.30GNPs-i, (g) Al6061-9Si₃N₄-0.45GNPs, (h) Al6061-9Si₃N₄-0.45GNPs-i composites before and after induction hot pressing)

- Al6061-Si₃N₄ kompozit yapılarında Si₃N₄ katkı oranının artmasıyla yoğunluğun, Vickers sertliğinin ve basma dayanımının arttığı tespit edilmiştir. En yüksek Vickers sertliği (156±3 HV), deneysel yoğunluk (2,67 g/cm³) ve basma dayanımı (408±6 MPa) değerlerine sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işlemi yapılan %9 Si₃N₄ takviyeli kompozit yapıda ulaşılmıştır. Ağırlıkça %12 Si₃N₄ katkısında ise; Si₃N₄ taneciklerinin matris içerisinde

homojen dağılmamasından dolayı kompozitlerin mekanik özelliklerinin bozulduğu tespit edilmiştir.

- Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozit yapıları içerisinde maksimum Vickers sertliği (179±3 HV), maksimum yoğunluk (2,69 g/cm³), maksimum basma dayanımı (447±6 MPa) ve minimum gözeneklilik oranı (%2,5) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak

preslenen Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT hibrit kompozitte belirlenmiştir. Ağırlıkça %0,15 GNT takviyesinden sonra kümelenmiş grafen partikülleri nedeniyle mekanik özelliklerde bozulmalar meydana gelmiştir. Bu durumun sebebi, grafen taneciklerinin yapı içerisinde kolaylıkla hareket ederek plastik deformasyonu kolaylaştırmasından kaynaklanmaktadır.

- Al6061 alaşımına kıyasla sadece sinterlenmiş Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozit yapının yoğunluğu, Vickers sertliği ve basma dayanımı değerleri sırasıyla ~%0,51, ~%63 ve ~%77 oranlarında artmıştır. Sadece sinterlenmiş alüminyum hibrit kompozitlere kıyasla sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş alüminyum hibrit kompozitlerin yoğunluğu ve Vickers sertliği ~%0,19 ve ~%15 oranlarında artmıştır.
- Al6061-9Si₃N₄-GNT kompozitlere ait SEM analizlerinde Si₃N₄ ve grafenin tane sınırlarına yerleştiği tespit edilmiştir. Isıl işlemler sonucunda tanecikler arasında iyi bağlanma ve boyun oluşumu belirlenmiştir. Ağırlıkça %0,15 grafen katkısından sonra grafenin topraklanma eğilimi gösterdiği tespit edilmiştir. Sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işlemi uygulanan numunelerin tanecikleri arasında daha iyi bir boyun oluşumu görülmüştür.
- Al6061-Si₃N₄ ve Al6061-9Si₃N₄-GNT yapıları kompozitlere farklı yükler altında uygulanan aşınma test sonuçları değerlendirildiğinde, en düşük kütle kaybı (0,0005 g) ve aşınma oranı (3,7x10⁻⁸ mm³/(Nm)) sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozitte elde edilmiştir. Ayrıca en düşük sürtünme katsayısına ($\mu=-0,25$) sinterlenmiş ve indüksiyonla sıcak preslenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,45GNT kompozit yapıda ulaşılmıştır.
- Aşınma numunelerine ait SEM analizleri sonucunda; sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslenmiş numunelerin yüzeyindeki aşınma izlerinin sadece sinterlenmiş numunelere kıyasla daha zayıf olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozit yapıda aşınmış yüzey kanalları derinliğinin en düşük seviyede olduğu ve yükün artmasıyla birlikte derinliğin arttığı belirlenmiştir.
- Sadece sinterlenmiş Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozitlere kıyasla sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak presleme işlemi uygulanan Al6061-9Si₃N₄-0,15GNT kompozitin aşınma oranının ~%28 oranında azaldığı tespit edilmiştir.
- Sonuç olarak, Al6061 matrisle belirli bir orana kadar yapılan Si₃N₄ ve grafen takviyesinin ve sinterleme sonrası indüksiyonla sıcak preslemenin kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerini iyileştirdiği görülmüştür.

Teşekkür (Acknowledgement)

Bu çalışmada, SEM ve XRD analizi konusunda vermiş olduğu destekten dolayı Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'ne (KİTAM) teşekkür ederiz. Yürütülen çalışma PYO.MUH.1901.22.008 kodlu proje ile Ondokuz Mayıs Üniversitesi tarafından desteklenmiştir.

Kaynaklar (References)

1. Bulut M., Özbek Ö., Bozkurt Ö. Y., Erkiç A., Effect of nano clay particle inclusion on axial and lateral buckling characteristics of basalt fiber reinforced composites, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 37 (4), 1985-1995, 2022.
2. Şenel, M. C., Gürbüz, M., Koç, E., Grafen takviyeli alüminyum matrisli yeni nesil kompozitler, Mühendis ve Makina, 56, 36-47, 2015.
3. Gül C., Albayrak S., Çinicı H., Şimşek İ. B. A., The effects of alkali, alkali-acid and sandblasting surface treatments applied before Tantalum-oxide coating with magnetron sputtering on the wear behavior of 7075 Aluminum alloys, Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 38 (2), 795-806, 2023.
4. Öztıp, B., Atık alüminyum kullanarak grafen ve silisyum nitrür takviyeli kompozit üretimi ve karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi,

5. Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Samsun, 2017.
6. Korucu, S., Gürkan, S., Alüminyum matrisli kompozitlerde tungsten karbür ve grafen takviyelerinin mekanik özelliklere etkileri üzerine bir araştırma, Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 7, 1466-1487, 2019.
7. Demir, M., Al6061-seramik-grafen hibrit kompozitlerin toz metalürjisi yöntemiyle üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, 132, Samsun, 2022.
8. Canakci, A., Varol, T., Microstructure and properties of AA7075/Al-SiC composites fabricated using powder metallurgy and hot pressing, Powder Technology, 268, 72-79, 2014.
9. Çolak, H., Akçay, S.B., Varol, T., Güler, O., Akça, H.C., Sıcak presleme yöntemi ile üretilen Cu-Cr alaşımlarının sertlik ve elektriksel iletkenlik özellikleri üzerine mekanik alaşımlama süresinin etkisi, Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi, 12 (1), 47-58, 2022.
10. Arık, H. Semerci, P., Kırmızı, G., Sıcak presleme ile alüminyum matrisli ve Al₂O₃ takviyeli toz metal kompozit malzeme üretimi ve aşınma davranışının araştırılması, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji, 5 (4), 87-97, 2017.
11. Gezici, L.U., Yüksek frekanslı indüksiyon ile sinterlenen hibrid alüminyum matrisli kompozitlerin mekanik ve tribolojik özelliklerine etkisi. Doktora Tezi, Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Konstrüksiyon ve İmalat Bilim Dalı, 118, Manisa, 2019.
12. Hanizam, H., Salleh, M.S., Omar, M.Z., Sulong, A.B., Effects of mechanical stirring and short heat treatment on thixotomized of carbon nanotube aluminium alloy composite, Journal of Alloys and Compounds, 788, 83-90, 2019.
13. Fomin, A., Fomina, M., Koshuro, V., Rodionov, I., Composite metal oxide coatings on chromium-nickel stainless steel reduced by induction heat treatment, Composite Structures, 229, 1-8, 2019.
14. Türkoğlu, T., Çelik, S., Aslan, N., Atik, E., The effect of processing parameters on the wear properties Al6061/GNP composites produced by hot pressing, Bahkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 25 (1), 1-12, 2023.
15. Şenel, M.C., Demir, M., Effect of induction heat treatment process and graphene/B₄C amount on the tribological and mechanical properties of Al6061 hybrid composites, JOM, 75 (7), 1-15, 2023.
16. Bastwros, M., Kim, G.Y., Zhu, C., Zhang, K., Wang, S., Tang, X., Wang, X., Effect of ball milling on graphene reinforced Al6061 composite fabricated by semi-solid sintering, Composites Part B: Engineering, 60, 111-118, 2014.
17. Khan, M., Din, R. U., Wadood, A., Syed, W. H., Akhtar, S., Aune, R. E., Effect of graphene nanoplatelets on the physical and mechanical properties of Al6061 in fabricated and T6 thermal conditions, Journal of Alloys and Compounds, 790, 1076-1091, 2019.
18. Li, G., Xiong, B., Effects of graphene content on microstructures and tensile property of graphene-nanosheets/aluminum composites, Journal of Alloys and Compounds, 697, 31-36, 2017.
19. Hsieh, C.T., Ho, Y.C., Wang, H., Sugiyama, S., Yanagimoto, J., Mechanical and tribological characterization of nanostructured graphene sheets/A6061 composites fabricated by induction sintering and hot extrusion, Materials Science and Engineering: A, 786, 2020.
20. Arık, H., Al-Si₃N₄ toz metal kompozit malzeme üretimi ve aşınma davranışının araştırılması, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji, 7 (4), 776-787, 2019.
21. Öztıp, B., Gürbüz, M., Si₃N₄ takviyesiyle atık alüminyumdan üretilmiş kompozitlerin özelliklerinin incelenmesi, Technological Applied Sciences, 13(1), 57-66, 2018.
22. Ramu, P., Hari Kiran Reddy, R., Kunaal Kumar, B., Padmanathan, T., Phanibhushana, M. V., Investigation of wear characteristics of Al6061-Si₃N₄ composites subjected to strain hardening through equal channel angular pressing, Materials Today: Proceedings, 46, 790-794, 2021.
23. Şenel, M. C., Gürbüz, M., Koç, E., Fabrication and characterization of SiC and Si₃N₄ reinforced aluminum matrix composites, Universal Journal of Materials Science, 5 (4), 95, 2017.
24. Akkurt, A., Ticari saf alüminyum ve Al6061 alüminyum alaşımı malzemelerin aşındırıcı su jeti ile kesilmesi uygulamalarında kesme hızının yüzey pürüzlülüğüne etkisi, Politeknik Dergisi, 8 (1), 69-79, 2015.
25. Bozkurt, D., Silisyum nitrür esash kompozitlerin üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen

- Bilimleri Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bilim Dalı, 94, İstanbul, 2019.
25. Şenel, M.C., Mahmutoğlu, Ü., Effect of induction heat treatment on the mechanical properties of Si₃N₄-graphene-reinforced Al2024 hybrid composites, *Bulletin of Materials Science*, 45 (1), 1-17, 2022.
 26. Şenel, M.C., Üstün, M., Dry sliding wear and friction behavior of Graphene/ZrO₂ binary nanoparticles reinforced aluminum hybrid composites, *Arabian Journal for Science and Engineering*, 47, 9253-9269, 2022.
 27. Rashad, M., Pan, F., Yu, Z., Asif, M., Lin, H., Pan, R., Investigation on microstructural, mechanical and electrochemical properties of aluminum composites reinforced with graphene nanoplatelets, *Progress in Natural Science: Materials International*, 25 (5), 460-470, 2015.
 28. Chen, C., Ding, Z., Tan, Q., Qi, H., He, Y., Preparation of nano α -alumina powder and wear resistance of nanoparticles reinforced composite coating, *Powder Technology*, 257, 83-87, 2014.
 29. Chen, X., Tao, J., Yi, J., Liu, Y., Li, C., Bao, R., Strengthening behavior of carbon nanotube-graphene hybrid in copper matrix composite, *Materials Science and Engineering:A*, 718, 427-436, 2018.
 30. Pourmand, N.S., Asgharzadeh, H., Aluminum matrix composites reinforced with graphene: a review on production, microstructure, and properties, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 45 (4), 289-337, 2020.
 31. Jiang, Y., Xu, R., Tan, Z., Ji, G., Fan, G., Li, Z., Xiong, D.B., Guo, Q., Li, Z., Zhang, D., Interface-induced strain hardening of graphene nanosheet/aluminum composites, *Carbon*, 146, 17-27, 2019.
 32. Munoz-Morris, M.A., Oca, C.G., Morris, D.G., An analysis of strengthening mechanisms in a mechanically alloyed, oxide dispersion strengthened iron aluminide intermetallic, *Acta Materialia*, 50 (11), 2825-2836, 2002.

