



Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi

Araştırma Makalesi

MWCNT Oranının MWCNT ile güçlendirilmiş Al₂O₃ Matrisli Nanokompozitlerin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

 Ramazan KARSLIOĞLU^{a,*}

^{a,*} *Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Ankara Yıldırım Beyazıt Üniversitesi Ankara, TÜRKİYE*

* Sorumlu yazarın e-posta adresi: rkarslioglu@ybu.edu.tr

DOI : 10.29130/dubited.571504

ÖZET

Bu çalışmada, ağırlıkça %0,0 dan %15,0'e kadar farklı oranlarda aktive edilmiş çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) takviyeli ve alümina Al₂O₃ matrisli nanokompozitler başarılı bir şekilde üretilmiştir. Nano boyuttaki (80 nm) Al₂O₃ tozları ve MWCNT'ler yüksek hızlı gezegensel bilyeli değirmende karıştırılmış, ardından soğuk şekillendirilmiş ve 1600° C'de argon atmosferinde 120 dakika süre ile sinterlenmiştir. Üretilen nanokompozitlerin mikroyapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak kırık yüzeylerden incelenmiştir. MWCNT ilavesinin kristal yapı ve üzerindeki etkisi X-ışınları difraktometresi (XRD) kullanılarak ortaya çıkarılmıştır. Mekanik özellikleri vickers mikrosertlik yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Kırılma toklukları ise vickers indenter metodu kullanılarak incelenmiştir. Yapılan kırılma tokluğu deneyleri sonucunda MWCNT ilavesi Al₂O₃ esaslı seramik malzemenin kırılma tokluğunu belirgin bir şekilde artırdığı görülmüştür. %2,5 MWCNT ilavesi seramik matrisli nanokompozit yapının kırılma tokluğunu katkısız Al₂O₃ ile kıyaslandığında %182,5 oranında artırmıştır.

Anahtar Kelimeler: *Nanokompozit, MWCNT, Al₂O₃, Kırılma tokluğu, Sinterleme*

Effect of MWCNT Ratio on Microstructure and Mechanical Properties of MWCNT Reinforced Al₂O₃ Matrix Nanocomposites

ABSTRACT

In this study, multi walled carbon nanotube (MWCNT) reinforced alumina (Al₂O₃) ceramic matrix nanocomposites containing MWCNT from 0.0 wt.% to 15.0 wt. % have been successfully produced. Nano size (80 nm) Al₂O₃ powders and MWCNT's have mixed with high velocity planetary ball milling and then green compacted and sintered at 1600 oC for 120 min in flowing Argonne atmosphere. Microstructure of produced nano composites have investigated with scanning electron microscope (SEM) from fracture surfaces. Effect of MWCNT addition on crystal structure were investigated via X-ray diffractometer (XRD). Microhardness test was carried out for determine mechanical properties of ceramic matrix nano composite mechanical properties. Vickers indenter test method was used for determining fracture toughness properties. MWCNT addition was significantly increased

fracture toughness of Al₂O₃ based structure. % 2.5 wt. % MWCNT addition was increased 182.5 wt. % fracture toughness when the comparing unreinforced Al₂O₃ structure.

Keywords: Nanocomposites, MWCNT, Al₂O₃, Fracture toughness, sintering

I. GİRİŞ

Alüminyum oksitler (Al₂O₃) ve Al₂O₃ esaslı seramikler yüksek sertlik, iyi aşınma direnci ve kimyasal inertlikleri nedeni ile ileri teknoloji seramiklerinin en çok bilinen gurubudur. Al₂O₃'lerin yüksek sıcaklık dayanımlarının iyi olması nedeni ile yüksek sıcaklık metallerinin yerine birçok yapısal uygulamada tercih edilmektedir. Ancak düşük kırılma toklukları, zayıf sürünme dirençleri, düşük termal şok dirençleri ve yüksek sıcaklıklarda oluşan gerilimin homojen olarak yapı içerisinde dağıtılamaması Al₂O₃ kullanımlarını sınırlandırmaktadır [1–3]. Literatür incelendiğinde Al₂O₃ ikici bir faz ile güçlendirildiğinde kırılma tokluğunun katkısız Al₂O₃ seramiklere göre ciddi oranda arttığı belirtilmektedir [4, 5]. Bu artış nanokompozit seramiklerde çok daha yüksek değerlere çıkmaktadır [6].

Karbon nanotüp (CNT) ilk defa 1991 yılında Iijima ve arkadaşları tarafından keşfedilmiştir [7]. Yüksek boy-çap oranı ve üstün mekanik özelliklerinden dolayı CNT'ler keşfedildiğinden beri kompozit malzemelerde ikinci faz olarak en çok tercih edilen bileşenlerden biridir [8–10]. CNT'ler kendi içerisinde tek duvarlı karbon nano tüpler (SWCNT) ve çok duvarlı karbon nanotüpler (MWCNT) olmak üzere iki ana guruba ayrılmaktadırlar [11]. SWCNT'lerin teorik elastik modülü 5 TPa, izole edilmiş MWCNT'nin elastik mukavemeti 1,8 TPa eğme mukavemeti 14,2 GPa olarak bildirilmektedir. Bu bulgularlar CNT'lerin, nano diot, nano transistör, atomik kuvvet mikroskopların (AFM) uçları gibi önemli uygulamalarda tercih edilmesinin sebepleridir [12].

Kompozit malzemelerde takviye matris fazının birbirine bağlanması mekanik, elektriksel, termal özellikleri ciddi bir şekilde etkilemektedir [13]. Bu nedenle yüksek kararlılığa sahip MWCNT ve matris malzemesi kompozit bir yapı içerisinde birleştirilmesi için MWCNT'lerin yüzeylerinin aktifleşmesi ve matrisle ile bağlanması kompozit yapının özellikleri için son derece önemlidir [14]. Fonksiyonelleştirme işlemi kararlı yapıda olan karbon nanotüplerin uçlarında ve yüzeylerinde kararsız yapılar oluşturmak ve hasar verme işlemidir. Bu hasarlı ve kararsız bölgeler yardımı ile karbon nanotüpler ile yapı ile arasında bir bağ gerçekleşmektedir[15].

Günümüzde gelişen teknoloji ile birlikte birçok endüstriyel uygulamada yüksek sertlik, mukavemet ve kırılma tokluğunun bir arada olduğu malzemelere ihtiyaç atılmıştır. Bu nedenle, bu çalışmada yüksek sıcaklık dayanımı yüksek kimyasal olarak inert olan Al₂O₃, yüksek mukavemet, elastik modül, esneklik, iyi iletkenlik gibi üstün özelliklere sahip MWCNT ile takviye edilerek Al₂O₃ matrisli nanokompozitler üretilmiş ve katkısız Al₂O₃'e kıyasla kırılma tokluğu önemli ölçüde geliştirilmiştir.

II. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

MWCNT takviyeli ve Al₂O₃ matrisli nanokompozitler toz metalürjisi yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Çalışmalarda kullanılan yüksek saflıkta ve 80 nm toz boyutuna sahip α -Al₂O₃ Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir. Takviye malzemesi olarak kullanılan MWCNT'ler Arry Nano (Germany)

firmasında temin edilmiştir. MWCNT'ler üretimden kaynaklanan safsızlıkların giderilmesi ve Al₂O₃ matrisle bağ kurabilmesi için fonksiyonelleştirme işlemine tabi tutulmuştur. MWCNT'lerin fonksiyonelleştirme işlemi hacimce % 25 nitrik asit (HNO₃) ve % 75 sülfirik asit (H₂SO₄) içerisinde 120°C de bir saat süre ile ısıtıcı karıştırıcı karıştırılmış sonrasında MWCNT'ler filtreleme işleminden geçirilerek pH 7 oluncaya kadar saf suyla yıkanmıştır. Daha sonrasında 60°C'de etüvde kurutulmuştur. Fonksiyonelleştirme işlemi ile kararlı yapıda olan karbon nanotüplerin uçlarında ve yüzeylerinde kararsız yapılar oluşturulmuştur. Bu hasarlı ve kararsız bölgeler yardımcı ile karbon nanotüpler ile α-Al₂O₃ arasında bir bağ gerçekleşmesi hedeflenmiştir.

Temin edilen α-Al₂O₃ tozlarına ağırlıkça %0,0, 1,0, 2,0, 5,0 ve 10,0 fonksiyonelleştirilmiş MWCNT ilave edilmiştir. Daha sonrasında gezegensel değirmende 1/10 toz/bilye oranında 450 rpm de 45 dk süre ile karıştırılmıştır. Karıştırmada WC havan ve bilyeler kullanılmıştır. Gezegensel değirmende homojen olarak karıştırılan α-Al₂O₃ ve karbon nanotüpler 20 mm çapa sahip metal kalıp içerisinde 150 Mpa basınç altında soğuk olarak şekillendirilmiştir. Şekillendirilen nanokompozitler 1600 °C sıcaklıkta 120 dakika boyunca argon atmosferi altında sinterlenmiştir.

Üretilen nanokompozitlerin mikroyapısı taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Hitachi SU5000) kullanılarak kırık yüzeylerden incelenmiştir. MWCNT ilavesi ve MWCNT oranının kristal yapı üzerindeki etkileri X-Işınlı Difraktometresi (XRD) (Rigaku miniflex) ile 1.54059 Å° dalga boyunda CuK_α ışını kullanılarak incelenmiştir. XRD incelemeleri 1°/dakika tarama hızında 20-70° (2θ) arasında yapılmıştır. Yapının içerisine MWCNT'lerin girdiğinden emin olmak ve süreç sonrasında ilave edilen MWCNT'lerin yapısının bozulmadığını gösterebilmek amacı ile yapı Raman spektrometresi (Jasco NRS4500) ile 532 nm boyutunda yeşil lazer kullanılarak analiz edilmiştir. Üretilen nanokompozitlerin mekanik özelliklerini belirlemek amacı ile vickers mikrosertlik yöntemi kullanılmıştır. Mikrosertlik ölçümleri 200 g yük altında 10 saniye süre ile ve Shimadzu marka HMV-G model cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Her bir numuneden en az 5 er ölçüm alınıp ortalamaları sertlik değeri olarak alınmıştır. MWCNT ilavesinin kırılma tokluğu üzerindeki etkilerini incelemek için vickers ucu ile 10 kg yük 10 sn süre ile nanokompozitlere tatbik edilerek oluşan iz ve çatlak boyları kaydedilmiştir. Daha sonra aşağıdaki formülde (Anstis equation) yerine yazılarak katkısız α-Al₂O₃ ve α-Al₂O₃/MWCNT'lerin kırılma toklukları hesaplanmıştır[16]. Her bir numuneden en az üç ölçüm alınarak ortalamalı sonuç olarak değerlendirilmiştir.

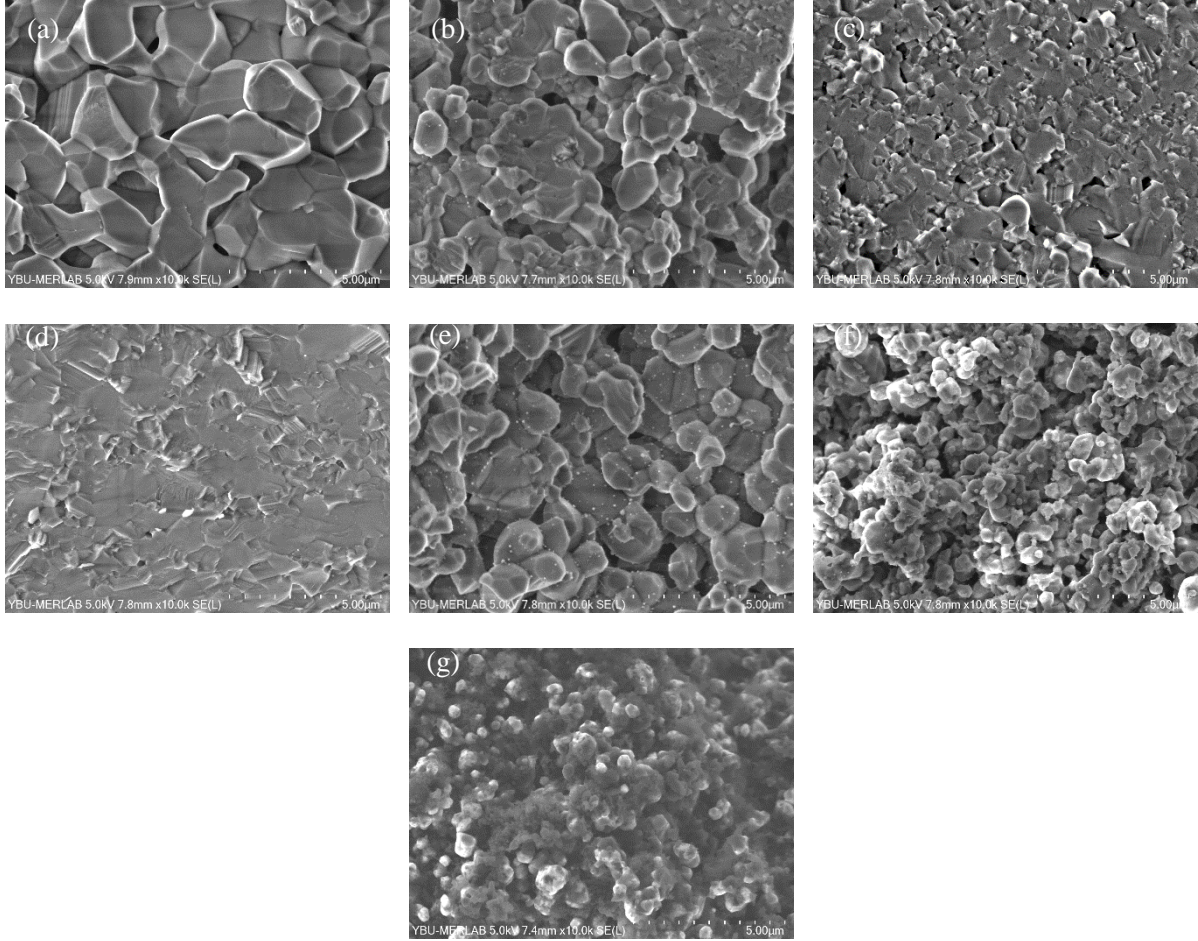
$$K_{IC} = 0.016 \times (E / H)^{1/2} \times (P / c^{3/2}) \quad (1)$$

Formülde K_{IC} kırılma tokluğunu, E elastik modülü, H vickers sertlik değerini, P uygulanan yükü, c ise test sonrası oluşan çatlak izinin boyutunu temsil etmektedir.

III. DENEYSEL SONUÇLAR

Katkısız ve farklı oranlarda MWCNT ilave edilmiş seramik matrisli nanokompozitlerin kırık yüzey SEM fotoğrafları Şekil 1'de verilmektedir. Şekil 1 (a)'da katkısız Al₂O₃ yapısı görülmektedir. Yapı incelendiğinde başlangıçta 80 nm partikül boyutları sinterleme sonrasında birleşerek 3-4 µm ye kadar çıktıkları görülmektedir. Katkısız Al₂O₃ kırılma yüzeyleri incelendiğinde kırılmanın genellikle taneler arası (intergranüller) şeklinde olduğu ancak bazı bölgelerde tane içi kırılmalarında (trans granüller) şeklinde olduğu görülmektedir. MWCNT katkılı nanokompozitlerin kırık yüzey mikroyapıları incelendiğinde ise ilave edilen MWCNT'lerin sinterleme esnasında tanelerin birleşip daha büyük taneler oluşumunu engellediği dolayısı ile sinterleme sonrası tane yapısının daha küçük olduğu görülmektedir.

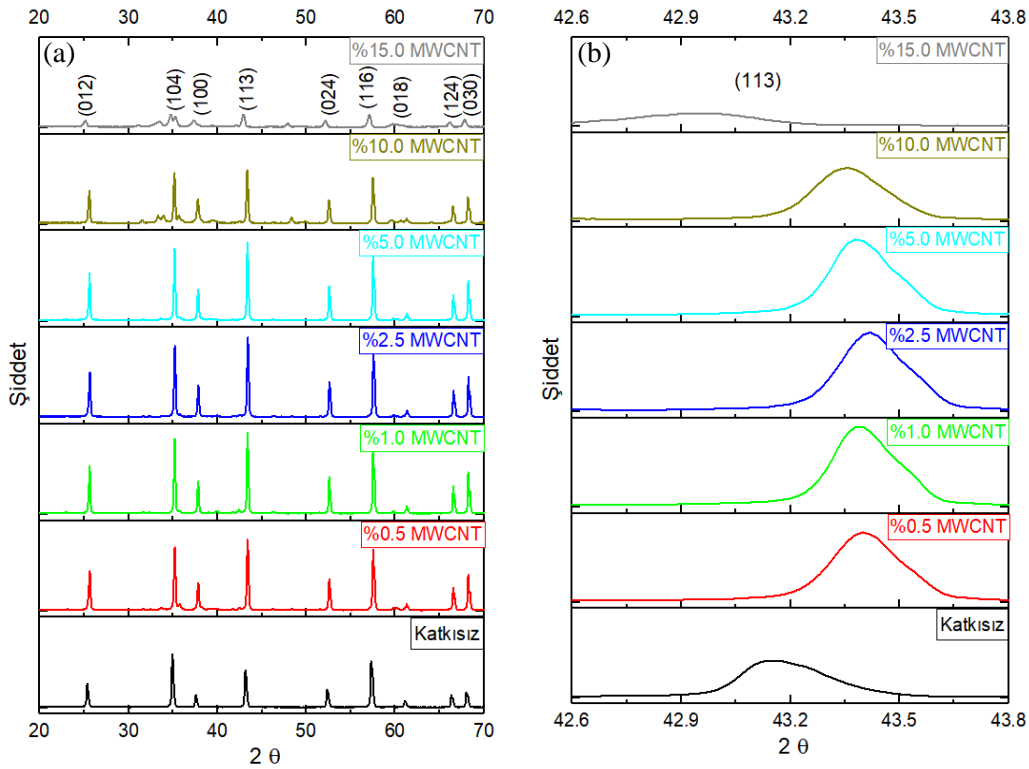
Dolayısı ile ilave edilen MWCNT'ler sinterleme esnasında tane büyümesinin önünde fiziksel engel olarak davrandıkları sonucu ortaya çıkmaktadır. Ayrıca Şekil 1 incelendiğinde %2,5 'e kadar ilave edilen MWCNT sinterleme sonrası poriziteleri azalttığı daha yoğun bir yapıya neden olduğu görülmektedir.



Şekil 1. (a) Katkısız Al_2O_3 , (b) % 0,5, (c) % 1,0, (d) %2,5, (e) % 5,0, (f) % 10,0 ve (g) %15,0 MWCNT katkılı nanokompozitlerin yüksek büyütme kırık yüzey SEM fotoğrafları.

Nanokompozitlerin kırılma yüzeyleri incelendiğinde %2,5'e kadar ilave edilen MWCNT kırılma morfoljisi (sistemi) üzerinde baskın rol oynadığı görülmektedir. Katkısız yapılarda görülen baskın taneler arası kırılma mekanizması MWCNT miktarı arttıkça tane içi kırılmaya mekanizmasına dönmektedir. Bu durumun nedeni soğuk şekillendirme sonrası taneler arasında bulunan MWCNT'lerin sinterleme sırasında tanelerin birleşim yerlerinde yapıya katılarak tane merkezlerine göre yüksek mukavemetli bölgeler oluşturmasıdır. Şekil 1-d incelendiğinde %2,5 MWCNT katkısının kırılma mekanizmasının tamamen taneler arası kırılma şeklinde olduğu ve diğer yüzeyler ile kıyaslandığında daha düzgün bir yüzey morfoljisi sağladığı görülmektedir. Ayrıca sinterleme sonrası yoğun porozitesiz bir yapı oluşturduğu görülmektedir. İlave edilen MWCNT miktarının %5,0 e çıkarılması ile birlikte kırılma mekanizması tekrar taneler arası kırılma mekanizmasına dönmüştür. Şekil 1-e incelendiğinde kırılma sonra bazı MWCNT'lerin tane sınırlarında yerleştiği görülmektedir. Yapı içerisine ilave edilen MWCNT miktarının %10,0 çıkarıldığında sinterleme esnasında tanelerin birleşmesini dolayısı ile tane büyümesini engellediği görülmektedir. Ayrıca bazı bölgelerde MWCNT'lerin topaklandığı (aglomere olduğu) şekilde görülmektedir. Şekil 1-g incelendiğinde ise ilave edilen MWCNT'lerin adacıklar oluşturduğu ve seramik tanelerin etrafını sardığı açıkça görülmektedir.

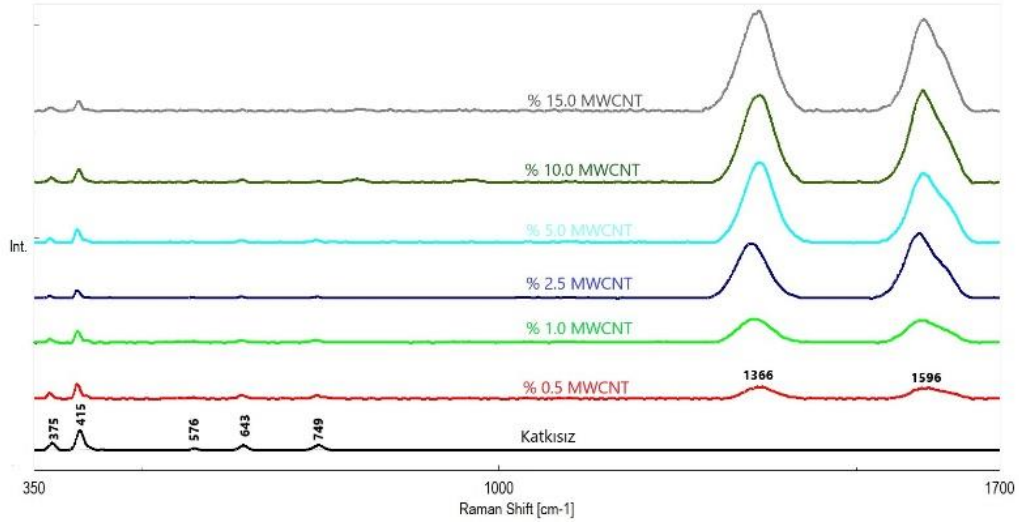
Sinterlenen Al_2O_3 ve MWCNT katkılı Al_2O_3 matrisli nanokompozitlerin kristalografik yönlenmesini incelemek amacı ile XRD yardımı yapı analiz edilmiştir. Analiz sonucu Şekil 2’de grafik olarak verilmiştir. Grafik incelendiğinde yalnızca $\alpha-Al_2O_3$ pikleri görülmektedir. MWCNT ler $2\theta = 26^\circ$ ’de (002) ve 44° ’de (100) düzlemlerinde pik vermektedir[17]. JPCDS kart no: 42-1468 e göre $\alpha-Al_2O_3$ (012) ve (113) yönündeki pikleri ile çakıştığından dolayı XRD grafiklerinde MWCNT piki görülmektedir [18]. Şekil 2a da $2\theta=20^\circ - 70^\circ$ arasındaki tüm yelpaze (spektrum) verilirken Şekil 2b’de ise $2\theta=42.6^\circ - 43.6^\circ$ dereceleri arasında kalan (113) düzlemindeki XRD taraması sonucu verilmektedir. Şekil 2’a ve b incelendiğinde ağırlıkça %2,5 MWCNT ilavesine kadar pik şiddetlerinin arttığı pik genişliklerinin daraldığı görülmektedir. Bu durum %2,5 MWCNT’ye kadar ilave edilen MWCNT sinterlemeye olumlu katkıda bulunduğu dolayısı ile sinterleme sonrası tanecik boyutunu artırdığını göstermektedir. %2,5’in üzerinde MWCNT ilavesinde pik şiddetlerin düştüğü ve pik genişliklerinin arttığı görülmekte ve MWCNT miktarının artması ile birlikte pik şiddetindeki küçülme ve genişleme devam etmektedir. Bu durum %2,5 in üzerinde ilave edilen MWCNT’lerin bir kısmının tane sınırları Al_2O_3 parçacıkları arasında tabaka oluşturarak sinterleme esnasında tanelerin birleşmesini ve büyümesini engellemesinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 2. Katkısız Al_2O_3 ve MWCNT katkılı seramik matrisli nanokompozit yapıların (a) $20-70^\circ$ 2θ (b) $42,6-43,8^\circ$ 2θ XRD analizi

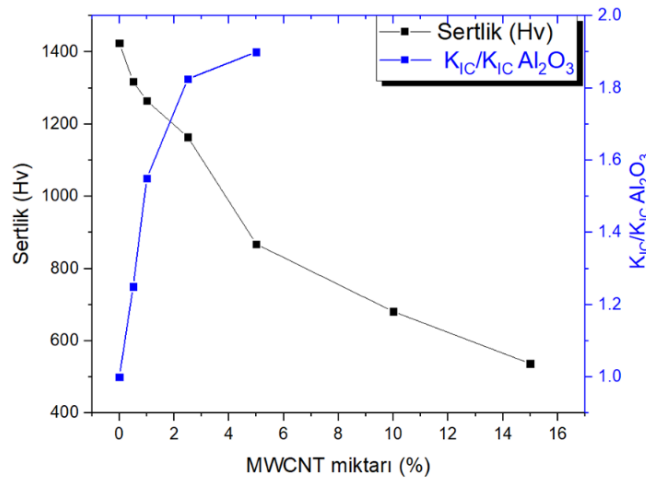
MWCNT’lerin XRD ile analizi zor olmasından dolayı katkısız Al_2O_3 ve MWCNT katkılı seramik matrisli nanokompozitlerin kristal yapıları Raman spektroskopisi ile incelenmiştir. Raman analizi sonuçları Şekil 3’te verilmiştir. Katkısız Al_2O_3 375, 415, 576, 643 and 749 cm^{-1} civarındaki tipik $\alpha-Al_2O_3$ piklerini vermiştir[19]. MWCNT katkılı Al_2O_3 nanokompozitlerde ise tipik Al_2O_3 piklerinin yanında karbon nanotüpelere ait D ve G bantlarını temsil eden piker açığa çıkmıştır[20]. D bandını temsil pik yaklaşık olarak 1366 cm^{-1} ’de iken G bandını temsil eden pik 1596 cm^{-1} ’de görülmüştür. Bu sonuçlar MWCNT takviyeli ve $\alpha-Al_2O_3$ seramik matrisli nanokompozitin başarılı bir şekilde

üretildiğini göstermektedir. Ayrıca yapılan kimyasal aktifleştirme, mekanik karıştırma ve sinterleme esnasında MWCNT'lerin yapılarının bozulmadığı da görülmektedir.



Şekil 3. Katkısız Al_2O_3 ve MWCNT katkılı seramik matrisli nanokompozit yapıların Raman analizi

MWCNT oranının nanokompozitlerin sertliğine kırılma tokluğuna etkileri şekil 4’te verilmiştir. Katkısız Al_2O_3 seramik malzemenin sertliği 1424 HV olarak ölçülmüştür. Al_2O_3 içerisine %0,5 MWCNT ilavesi ile birlikte sertlik değeri 1318 HV’e düşmüştür. İlave edilen MWCNT miktarının %2,5’e çıkarılması ile birlikte sertlik değeri 1164 HV’e %15,0 ilave edilmesi ile birlikte 537 HV ye kadar düşmüştür. Dolayısı ile ilave edilen MWCNT miktarının artması nanokompozit yapının sertliği düşmüştür. İndentasyon yöntemi ile ölçülen ve hesaplanan kırılma tokluğunun katkısız Al_2O_3 yapısına göre kırılma tokluğu yine aynı grafikte sağ taraftaki eksenle verilmiştir. Yapı içerisine MWCNT ilavesi ile birlikte kırılma tokluğunda %2,5 MWCNT’ ye kadar keskin bir artış olmuştur. Yapı içerisine %2,5 MWCNT ilavesi seramik matrisli nanokompozit yapının kırılma tokluğunun %182,5 artırmıştır. İlave edilen %2,5 in üzerindeki miktar kırılma tokluğundaki artışı çok az artırmakla birlikte nanokompozit yapının sertliğinde ciddi bir düşüşe neden olmuştur. %10,0 ve %15,0 MWCNT ilave edilmiş nanokompozitlerin kırılma tokluğu ölçümünde 10 kg yük ile çatlak oluşturulmadığı için kırılma tokluğu değerleri hesaplanamamıştır.



Şekil 4. MWCNT oranının sertlik üzerindeki etkileri

Kırılma tokluğu, sertlik, sertlik ve mikro yapı analizleri birlikte incelendiğinde ağırlıkça %5,0 üzerinde MWCNT ilavesi yapı içerisinde aglomere olmasından dolayı mekanik özelliklerin kötü etkilendiği görülmektedir. Bu durumun başlıca sebebi aglomere olan MWCNT'ler arasında oluşan boşluklardır. Ayrıca aglomere olan MWCNT'ler ile matris arasında iyi bir temas sağlanamaması engellenmiştir. Dolayısı kompozit malzemelerden beklenen matris takviye elemanı yük transferi mekanizması gerçekleşmemiş olup özellikler kötü etkilenmiştir.

IV. SONUÇ

MWCNT katkılı Al₂O₃ matrisli nanokompozitler toz metalurjisi yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir.

Sinterleme esnasında katkısız Al₂O₃ tanecikleri birleşerek daha büyük taneler oluşturduğu MWCNT ilavesinin ise sinterleme sırasındaki tane büyümesini düşürdüğü görülmüştür.

Sinterlenmiş katkısız Al₂O₃ yapının kırılma mekanizması genellikle taneler arası iken, yapı içerinse MWCNT ilavesi kırılma mekanizmasını tane içi kırılma mekanizmasına çevirmiştir.

Al₂O₃ içerisine ağırlıkça %5,0 in üzerinde MWCNT ilavesi tane sınırlarında toplanarak seramik parçaların sinterleme esnasında bağ oluşturmasına engel olmuştur. Aynı zamanda yapı içerisinde MWCNT topaklanmaları oluşturarak mekanik özellikleri etkilemiştir.

Yapılan kimyasal yüksek hızlı karıştırma, kimyasal işlemler ve sinterleme neticesinde MWCNT'ler yapılarını korumuşlardır.

Yapılan testler sonucunda en iyi mikroyapı, sertlik ve kırılma tokluğu kombinasyonu Al₂O₃ / %2,5 MWCNT kompozisyonunda elde edilmiştir.

Al₂O₃ içerisine %2,5 MWCNT ilavesi katkısız Al₂O₃ ile kıyaslandığında kırılma tokluğunu %182,5 artırmıştır

V. KAYNAKLAR

[1] S. Maensiri, P. Laokul, J. Klinkaewnarong, and V. Amornkitbamrung, "Carbon nanofiber-reinforced alumina nanocomposites: Fabrication and mechanical properties," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 447, no. 1–2, pp. 44–50, 2007.

[2] I. Ahmad *et al.*, "Multi-walled carbon nanotubes reinforced Al₂O₃ nanocomposites: Mechanical properties and interfacial investigations," *Composites Science and Technology*, vol. 70, no. 8, pp. 1199–1206, 2010.

[3] M. Michálek, M. Kašiarová, M. Michálková, and D. Galusek, "Mechanical and functional properties of Al₂O₃–ZrO₂–MWCNTs nanocomposites," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 34, no. 14, pp. 3329–3337, 2014.

- [4] G.-D. Zhan, J. D. Kuntz, J. Wan, and A. K. Mukherjee, "Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites," *Nature Materials*, vol. 2, no. 1, pp. 38–42, 2003.
- [5] S. C. Zhang, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas, and E. J. Yadlowsky, "Pressureless sintering of carbon nanotube–Al₂O₃ composites," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 30, no. 6, pp. 1373–1380, 2010.
- [6] T. Wei, Z. Fan, G. Luo, and F. Wei, "A new structure for multi-walled carbon nanotubes reinforced alumina nanocomposite with high strength and toughness," *Materials Letters*, vol. 62, no. 4–5, pp. 641–644, 2008.
- [7] K. T. Kashyap and R. G. Patil, "On Young's modulus of multi-walled carbon nanotubes," *Bulletin of Materials Science*, vol. 31, no. 2, pp. 185–187, 2008.
- [8] A. Peigney, C. Laurent, E. Flahaut, and A. Rousset, "Carbon nanotubes in novel ceramic matrix nanocomposites," *Ceramics International*, vol. 26, no. 6, pp. 677–683, 2000.
- [9] E. Flahaut, A. Peigney, C. Laurent, C. Marlière, F. Chastel, and A. Rousset, "Carbon nanotube–metal–oxide nanocomposites: microstructure, electrical conductivity and mechanical properties," *Acta Materialia*, vol. 48, no. 14, pp. 3803–3812, 2000.
- [10] A. Peigney, C. Laurent, O. Dumortier, and A. Rousset, "Carbon Nanotubes±Fe±Alumina Nanocomposites. Part I: Influence of the Fe Content on the Synthesis of Powders," p. 10.
- [11] Z. Han and A. Fina, "Thermal conductivity of carbon nanotubes and their polymer nanocomposites: A review," *Progress in Polymer Science*, vol. 36, no. 7, pp. 914–944, 2011.
- [12] L. Shi, C. F. Sun, P. Gao, F. Zhou, and W. M. Liu, "Electrodeposition and characterization of Ni–Co–carbon nanotubes composite coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 16–17, pp. 4870–4875, 2006.
- [13] R. Karslioglu and H. Akbulut, "Comparison microstructure and sliding wear properties of nickel–cobalt/CNT composite coatings by DC, PC and PRC current electrodeposition," *Applied Surface Science*, vol. 353, pp. 615–627, 2015.
- [14] S. I. Cha, K. T. Kim, K. H. Lee, C. B. Mo, and S. H. Hong, "Strengthening and toughening of carbon nanotube reinforced alumina nanocomposite fabricated by molecular level mixing process," *Scripta Materialia*, vol. 53, no. 7, pp. 793–797, 2005.
- [15] S.-Y. Lee, J.-I. Kim, and S.-J. Park, "Activated carbon nanotubes/polyaniline composites as supercapacitor electrodes," *Energy*, vol. 78, pp. 298–303, 2014.
- [16] V. Puchy, P. Hvizdos, J. Dusza, F. Kovac, F. Inam, and M. J. Reece, "Wear resistance of Al₂O₃–CNT ceramic nanocomposites at room and high temperatures," *Ceramics International*, vol. 39, no. 5, pp. 5821–5826, 2013.

- [17] S. Maensiri, P. Laokul, J. Klinkaewnarong, and V. Amornkitbamrung, "Carbon nanofiber-reinforced alumina nanocomposites: Fabrication and mechanical properties," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 447, no. 1–2, pp. 44–50, 2007.
- [18] G.-D. Zhan and A. K. Mukherjee, "Carbon Nanotube Reinforced Alumina-Based Ceramics with Novel Mechanical, Electrical, and Thermal Properties," *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 1, no. 2, pp. 161–171, 2004.
- [19] M. R. Gallas, Y. C. Chu, and G. J. Piermarini, "Calibration of the Raman effect in α -Al₂O₃ ceramic for residual stress measurements," *Journal of Materials Research*, vol. 10, no. 11, pp. 2817–2822, 1995.
- [20] E. D. Dikio, N. D. Shooto, F. T. Thema and A. M. Farah "Raman and TGA Study of Carbon Nanotubes Synthesized Over Mo/Fe Catalyst on Aluminium Oxide, Calcium Carbonate and Magnesium Oxide Support," *Chemical Science Transactions*, vol. 2, no. 4, 2013.