

**GRAFEN TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT
MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE EŞİT KANALLI AÇISAL
PRESLEMENİN (EKAP) MALZEME ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NİHAL BAĞCI

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**MERSİN
ARALIK- 2019**

**GRAFEN TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT
MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE EŞİT KANALLI AÇISAL
PRESLEMENİN (EKAP) MALZEME ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NİHAL BAĞCI

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**Danışman
Doç. Dr. Ömer GÜLER**

**MERSİN
ARALIK- 2019**

ONAY

Nihal BAĞCI tarafından Doç. Dr. Ömer GÜLER danışmanlığında hazırlanan “Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Malzemelerin Üretimi ve Eşit Kanallı Açısız Preslemenin (EKAP) Malzeme Özelliklerine Etkisi” başlıklı çalışma aşağıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından 13.12.2019 tarihinde yapılan Tez Savunma Sınavı sonucunda oy birliği/çokluğu ile Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Görevi	Ünvanı, Adı ve Soyadı	İmza
Başkan	Dr. Öğr. Üyesi Yakup SAY	
Üye	Doç. Dr. Ömer GÜLER	
Üye	Dr. Öğr. Üyesi Güven YARKADAŞ	

Yukarıdaki Jüri kararı Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 27/12/2019 tarih ve 2019/50/1964 sayılı kararıyla onaylanmıştır.



Bu tezde kullanılan özgün bilgiler, şekil, tablo ve fotoğraflardan kaynak göstermeden alıntı yapmak 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu hükümlerine tabidir.

ETİK BEYAN

Mersin Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğinde belirtilen kurallara uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada,

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlâk kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak kullandığımı,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Bu tezin herhangi bir bölümünü Mersin Üniversitesi veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı,
- Tezin tüm telif haklarını Mersin Üniversitesi'ne devrettiğimi beyan ederim.

ETHICAL DECLARATION

This thesis is prepared in accordance with the rules specified in Mersin University Graduate Education Regulation and I declare to comply with the following conditions:

- I have obtained all the information and the documents of the thesis in accordance with the academic rules.
- I presented all the visual, auditory and written informations and results in accordance with scientific ethics.
- I refer in accordance with the norms of scientific works about the case of exploitation of others' works.
- I used all of the referred works as the references.
- I did not do any tampering in the used data.
- I did not present any part of this thesis as an another thesis at Mersin University or another university.
- I transfer all copyrights of this thesis to the Mersin University.

13/12/ 2019

İmza



NIHAL BAĞCI

ÖZET

GRAFEN TAKVİYELİ ALÜMİNYUM MATRİSLİ KOMPOZİT MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE EŞİT KANALLI AÇISAL PRESLEMENİN (EKAP) MALZEME ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Keşfedildiği tarihten beri üzerine sayısız çalışma yapılan grafen klasik malzemelerin aksine alışılmışın dışında ekstra özellikler sergilemektedir. Bu özellikleri sayesinde grafen pek çok uygulamada büyük bir kullanılma potansiyeline sahiptir. Bunun yanında, farklı kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak da kullanılması mümkündür. Metal matrisli kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak kullanılması, yeni nesil kompozitlerin geliştirilmesini de sağlamaktadır. Matris olarak alüminyum, nikel, magnezyum, çinko, bakır ve titanyum veya bunların alaşımları kullanılmaktadır. Alüminyum ve alaşımları, takviye malzemeleri ile uyumluluğu, hafif olması, yüksek elektrik iletkenliği ve yüksek ısı iletkenliği gibi özelliklere sahip olması sebebiyle geniş uygulama alanlarına sahiptir. Bununla birlikte metal matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak ilk sıralarda tercih edilmektedir. Bu çalışmada, takviye malzemesi olarak grafenin kullanıldığı alüminyum matrisli kompozitler toz metalurjisi yöntemiyle üretilmiştir. Üretilen numunelere mekanik testler uygulanmıştır. Metalik numuneleri haddeleme veya ekstrüzyonun standart endüstriyel metal işleme prosesleri dahil olmak üzere, uygulanan bir yüke maruz bırakmak için iyi bilinen çok sayıda yöntem bulunmaktadır. Ancak bu yöntemlerin tümü, numunenin fiziksel boyutlarında bir değişiklik yapmaktadır. Aksine, eşit kanallı açısallı presleme (EKAP) bu geleneksel prosedürlerden farklıdır; çünkü numunenin kesit boyutları, uygulanan yük sırasında değişmeden kalmaktadır. Metal tane büyüklükleri, EKAP işlemiyle şiddetli plastik deformasyona maruz bırakılarak, alt mikrometre ve hatta nanometre seviyesine kadar tane inceltilebilmektedir. Bu yüzden numunelere EKAP işlemi uygulanmış ve elektriksel iletkenlik testi, basma testi, aşınma testi yapılmıştır. Mikro ve makro sertlikleri, DTA ile TGA'ları alınmış SEM görüntüleri incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Grafit, Grafen, Eksfolasyon, Alüminyum, Toz metalurjisi, EKAP

Danışman: Doç. Dr. Ömer GÜLER, Mersin Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, Mersin.

ABSTRACT

PRODUCTION OF COMPOSITE MATERIALS WITH GRAFEN REINFORCED ALUMINUM MATRIX AND THE EFFECT OF EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING ON MATERIAL PROPERTIES

Numerous studies have been done on graphene since its discovery, and unlike conventional materials, it exhibits extra-ordinary features. Thanks to these properties, graphene has a great potential to be used in many applications. It is also possible to use as a reinforcing material in different composite materials. The use of metal matrix composite materials as reinforcing materials also enables the development of new generation composites. Al, Ni, Mg, Zn, Cu and Ti or their alloys are used as the matrix. Aluminum and its alloys have wide application areas due to their compatibility with reinforcing materials, light weight, high electrical conductivity and high thermal conductivity. However, it is preferred in the first place as matrix material in metal matrix composite materials. In this study, aluminum matrix composites using graphene as reinforcement material were produced by powder metallurgy method. Mechanical tests were applied to the produced samples. There are many well-known methods for subjecting metallic samples to an applied load, including standard industrial metalworking processes of rolling or extrusion. However, all of these methods make a change in the physical dimensions of the sample. On the contrary, equal channel angular pressing (ECAP) differs from these traditional procedures; because the cross-sectional dimensions of the sample remain unchanged during the applied load. Metal grain sizes can be fined down to micrometer and even nanometer level by subjecting to severe plastic deformation by ECAP process. Therefore, ECAP process was applied to the samples and electrical conductivity test, compression test and abrasion test were performed. Micro and macrohardness, DTA and TGA were obtained and SEM images were examined.

Keywords: Graphite, Graphene, Exfoliation, Aluminum, Powder metallurgy, ECAP

Advisor: Doç. Dr. Ömer GÜLER, Department of Metallurgical and Materials Engineering, University of Mersin, Mersin.

TEŞEKKÜR

Öncelikle çalışmalarında yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen, tecrübesiyle bana yol gösteren danışmanım sayın Doç. Dr. Ömer GÜLER'e, ilgisini ve önerilerini göstermekten kaçınmayan Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Mustafa TAŞKIN'a sonsuz teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Yine tez çalışmam boyunca tecrübe ve birikimleri ile yardımlarını esirgemeyen sayın Doç. Dr. İskender ÖZKUL, Doç. Dr. Canan AKSU CANBAY ve Doç. Dr. Seval Hale GÜLER hocalarıma ayrı ayrı teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans boyunca yardım ve desteklerini esirgemeyen değerli arkadaşşımlarım Hasan SAFA, Öyküm BAŞGÖZ, Ali SÖNMEZ, Nazlı Nisa CACİM ve Mükremin TEKELİ'ye teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım boyunca maddi manevi destekleriyle beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan aileme de sonsuz teşekkür ederim.

Bu çalışma Tübitak kapsamında 218M235 Proje Numarasıyla ve Mersin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimince 2018-3-TP2-3043 Proje Numarası ile desteklenmiştir, katkılarından dolayı teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ONAY	iii
ETİK BEYAN	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vi
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	viii
TABLOLAR DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
KISALTMALAR ve SİMGELER	xiii
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI	3
2.1. Kompozit Malzemeler	3
3. KOMPOZİTLERDE TAKVİYE MALZEMESİ OLARAK KULLANILAN KARBON ESASLI 2 BOYUTLU MALZEME	11
3.1. Grafen	11
4. METAL MATRİSLİ GRAFEN TAKVİYELİ KOMPOZİTLER	12
4.1. Alüminyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler	12
4.2. Bakır Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler	18
4.3. Titanyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler	23
4.4. Magnezyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler	27
4.5. Nikel Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler	32
4.6. Diğer Metal Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler	36
5. EŞİT KANALLI AÇISAL PRESLEME	40
6. DENEYSEL ÇALIŞMA	48
6.1. Kullanılan Malzemeler	48
6.2. Takviye Malzemesi Olarak Kullanılacak Grafenlerin Sıvı Faz Eksfolasyon (LPE) Yöntemi İle Üretimi	49
6.2.1. Raman spektroskopisi	50
6.2.2. X-ışını fotoelektron spektroskopisi	51
6.2.3. Geçirimli elektron mikroskobu	52
6.3. Alüminyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitlerin Üretimi	53
6.3.1. Elektriksel İletkenlik Testi	54
6.3.2. Mikro ve Makro Sertlik	55
6.3.3. Aşınma Testi	56
6.3.4. DTA Testi	57
6.3.5. Basma Deneyi	57
6.3.6. Taramalı Elektron Mikroskobu	57
6.4. Alüminyum Grafen Kompozitlerine EKAP İşleminin Uygulanması	58
7. SONUÇLAR	60
7.1. Sıvı Faz Eksfolasyon Yöntemi ile Sentezlenen Grafenlerin Karakterizasyonu	60
7.2. Alüminyum Grafen Kompozitlerinin ve EKAP Uygulanmış Alüminyum Grafen Kompozitlerinin Mikroyapı İncelemeleri ve Karakterizasyonu	62
7.2.1. DTA ve TGA Testleri	62
7.2.2. Yoğunluk Hesabı	63
7.2.3. Optik ve SEM Görüntüleri	65
7.3. Alüminyum Grafen Kompozitlerinin ve EKAP Uygulanmış Alüminyum Grafen Kompozitlerinin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi	73
7.3.1. Sertlik Testi	73
7.3.2. Elektriksel İletkenlik Testi	77
7.3.3. Aşınma Testi	81
7.3.4. Basma Testi	88

8. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER	91
KAYNAKLAR	92
ÖZGEÇMİŞ	98



TABLÖLER DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 2.1. Matriks, Takviye Elemanı ve Kompozit Yapı Tipleri [3].	5
Tablo 3.1. Tek Tabakalı Grafenin Genel Özellikleri [22].	13
Tablo 4.1. Oda sıcaklığında Al ve Al-% 0.3 GNP kompozitinin mekaniksel özellikleri [29].	14
Tablo 4.2. Kompozit malzemenin çekme dayanımı [30].	15
Tablo 4.3. Çeşitli malzemeler ve koşullar için Vickers sertlik verileri [33].	16
Tablo 4.4. Bileşiklerin bağıl yoğunluk, mikro sertlik ve bükülme mukavemeti gibi mekanik özellikleri [35].	19
Tablo 4.5. Saf bakır ve farklı grafen bakır kompozitlerinin mekanik özellikleri [39].	23
Tablo 4.6. Saf titanyum ve grafen nanotabaka takviyeli titanyum matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri [40].	24
Tablo 4.7. Titanyum ve çok tabakalı grafen takviyeli titanyumun mekanik özellikleri [41].	25
Tablo 4.8. Grafen titanyum kompozitlerinin tane boyutu ve çekme özellikleri [42].	26
Tablo 4.9. Saf magnezyum ve % 0.3 grafen nanotabaka takviyeli magnezyum kompozitinin mekanik özellikleri [44].	28
Tablo 4.10. ZK60 ve grafen nanotabaka takviyeli ZK60 kompozitinin özellikleri [45].	29
Tablo 4.11. Saf magnezyum ve kompozitin mekaniksel özellikleri [46].	30
Tablo 4.12. Saf Ni ve aynı işlemler tarafından üretilen % 0.5 ve % 1.0 hacimli GNs/Ni kompozitlerin mekanik özellikleri [49].	33
Tablo 4.13. Oda sıcaklığındaki mekanik özellikler [53].	37
Tablo 4.14. Ekstrüde edilmiş Mg-6Zn alaşımı ve kompozitlerinin oda sıcaklığındaki mekanik özellikleri [54].	38
Tablo 4.15. Oda sıcaklığında saf mg ve kompozitin mekaniksel özellikleri [55].	39
Tablo 6.1. Deneyde kullanılacak tozların oranları.	59
Tablo 7.1. Kompozit malzemenin yoğunlukları.	64

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Kompozit malzemesi [6].	4
Şekil 2.2. Kompozit malzemelerin matrislerine göre sınıflandırılması [12].	6
Şekil 2.3. Takviye elemanlarının şekli [14].	7
Şekil 3.1. Grafen modeli [17].	11
Şekil 3.2. Karbon esaslı malzemeler. a) Grafen, b) Fulleren, c) Nanotüp, d) Grafit [18].	12
Şekil 3.3. Tek katmanlı grafenin moleküler modeli [22].	13
Şekil 4.1. Al ve % 0.3 grafen nanotabaka ilavesiyle Al' ın çekme mukavemeti [27].	13
Şekil 4.2. Grafen içeriği ile çekme dayanımı değişimi [28].	14
Şekil 4.3. Farklı öğütme sürelerinde 6061 Al-ağırlıkça % 1 grafen numunelerinin XRD analizi [32].	16
Şekil 4.4. Çeşitli malzemeler için çekme mukavemeti [33].	17
Şekil 4.5. Oda sıcaklığında % 0, % 0.5, % 1 grafen ile takviye edilmiş kompozit numunelerin mühendislik gerilme-şekil değiştirme eğrileri [34].	17
Şekil 4.6. Alüminyum grafen kompozitinin ideal nanoyapısını gösteren şematik model [34].	18
Şekil 4.7. Grafen nanotabakalı kompozit için young modülü ve akma dayanımı [36].	20
Şekil 4.8. Grafen takviyesiyle a) çekme mukavemeti, b) sertlik değerleri [37].	21
Şekil 4.9. Grafen takviyesi ile termal iletkenlik değerleri [37].	21
Şekil 4.10. Bakır grafen nano partikül kompozitlerinin a) gerilme-şekil değiştirme eğrileri, b) akma dayanımı ve kopma uzaması, c) elastik modülü ve sertliği [38].	22
Şekil 4.11. Saf bakır ve farklı grafen bakır kompozitlerinin gerilme-şekil değiştirme eğrileri [39].	23
Şekil 4.12. Titanyum ve titanyum grafen kompozitlerinin vickers sertliği [43].	27
Şekil 4.13. Grafen içeriği % 0.5, a) 2h, b) 4h ve c) 6h bilyalı öğütme sürelerine sahip kompozitlerin mikroyapıları [47].	31
Şekil 4.14. 6 saatlik bilyalı öğütme süresi için farklı grafen içeriğine sahip kompozitlerin mikroyapıları, a) ağırlıkça % 1.5, b) ağırlıkça % 2.5 [47].	31
Şekil 4.15. Elektrolit içinde farklı grafen içeriği ile üretilen nikel-grafen kompozit kaplamaların mikro sertlik değerleri [48].	32
Şekil 4.16. Elektrolit içerisindeki grafen içeriğinin Ni grafen kompozit kaplamaların a) aşınma hızı, b) sürtünme katsayısına etkisi [48].	33
Şekil 4.17. a) Saf poliimidin ve hazırlanan hacimce % 0.16 nikel grafen poliimid nanokompozitlerin gerilme şekil değiştirme eğrileri, b) Saf poliimidin çekme mukavemeti ile karşılaştırıldığında hacimce % 0.16, % 0.32, % 0.65 ve % 1.3 grafen içerikli nikel grafen poliimid nanokompozitleri, NMF (manyetik alan yok), LMF (düşük manyetik alan) ve HMF (yüksek manyetik alan) [50].	35
Şekil 4.18. Elektrolitik Ni kaplama ve grafen/Ni kompozitlerinin ısı iletkenlikleri [51].	36
Şekil 4.19. a) AZ61 alaşımı ve kompozitin basma mukavemeti, b) AZ61 alaşımı ve kompozitin gerilim gerinim eğrileri [52].	37
Şekil 5.1. EKAP yollarının dönme şemaları [57].	42
Şekil 5.2. EKAP' ın üç ortogonal düzlemi x, y ve z olarak gösteren şematik gösterimi [61].	43
Şekil 5.3. EKAP' ta 1 ve 2 bölümleri arasında kayma ilkesi [61].	43
Şekil 5.4. Ψ ve Φ açılarını gösteren EKAP kalıbından bir kesit [61].	44
Şekil 5.5. (a) Tekrarlanan yan ekstrüzyon işleminin geri basınçla şematik gösterimi, (b) tekrarlı geçişler için çalışma prensibi [66,67].	45
Şekil 5.6. Bir döner kalıbı kullanarak EKAP işlemi: (a) başlangıç durumu, (b) bir geçişten sonra ve (c) 90° kalıp dönmesinden sonraki şekli [66].	45
Şekil 5.7. (a) EKAP-Conform' un şematik gösterimi, (b) EKAP-Conform sürecinde bir Al iş parçası [56].	46
Şekil 5.8. (a) Konsolidasyon sürecinin şeması ve (b) kullanılan eşit kanallı açısız presleme (EKAP) kalıbı [68].	47

	Sayfa
Şekil 6.1. Kullanılan solventler ve sürfektan.	48
Şekil 6.2. Üretim esnasında kullanılan teçhizatlar.	49
Şekil 6.3. Sonikasyon destekli eksfolasyon [69].	49
Şekil 6.4. Grafen üretim aşamaları.	50
Şekil 6.5. Raman cihazı.	51
Şekil 6.6. X-ışını fotoelektron spektroskopisi.	52
Şekil 6.7. Geçirimli elektron mikroskobu.	52
Şekil 6.8. Tozları öğütmek için kullanılan yüksek enerjili değirmen.	53
Şekil 6.9. Pres ve kalıplar.	54
Şekil 6.10. Sinterleme için kullanılan yatay fırın.	54
Şekil 6.11. Elektriksel iletkenlik test cihazı.	55
Şekil 6.12. Mikro sertlik cihazı.	55
Şekil 6.13. Makro sertlik cihazı.	56
Şekil 6.14. Aşınma test cihazı.	56
Şekil 6.15. DTA test cihazı.	57
Şekil 6.16. Tarama elektron mikroskobu.	58
Şekil 6.17. Eş kanallı açısız presin görseli (EKAP).	58
Şekil 7.1. SDS+DMF çözeltisiyle hazırlanmış grafenin raman spektroskopisi.	60
Şekil 7.2. SDS+DMF ile üretilen grafen nano tabakaların X-ışını Foto Elektron Spektroskopisi.	61
Şekil 7.3. Grafen nanotabakasının TEM görüntüsü.	61
Şekil 7.4. (a) N1, (b) N2, (c) N3 ve (d) N4 numunelerinin DTA ve TGA grafikleri.	63
Şekil 7.5. a) N0, b) N1, c) N2, d) N3, e) N4, f) N5, g) N6 numunelerine ait optik mikroskop görüntüleri.	67
Şekil 7.6. a) N0, b) N1, c) N2, d) N3, e) N4, f) N5, g) N6 numunelerine ait SEM görüntüleri.	72
Şekil 7.7. a) N5, b) N6 numunelerine ait EKAP sonrası görüntüleri.	73
Şekil 7.8. EKAP uygulanmamış N0, N1, N2, N3 ve N4 numunelerinin mikro ve makro sertlik grafikleri.	77
Şekil 7.9. EKAP uygulanmış N5 ve N6 numunelerinin mikro ve makro sertlik grafikleri.	77
Şekil 7.10. EKAP uygulanmamış numunelerin takviye oranlarına göre elektriksel iletkenlikteki değişimleri.	79
Şekil 7.11. EKAP uygulanmış numunelerin takviye oranlarına göre elektriksel iletkenlikteki değişimleri.	79
Şekil 7.12. EKAP uygulanmamış ve uygulanmış numunelerin elektriksel iletkenlikteki değişimlerinin kıyaslanması.	80
Şekil 7.13. Kompozitlerin farklı yükler ve farklı aşınma mesafeleri için spesifik aşınma oranları.	82
Şekil 7.14. N0, N5 ve N1 N6 numunelerinin aşınma değerlerinin kıyaslanması.	84
Şekil 7.15. a) N0, b) N1, c) N2, d) N3, e) N4 numunelerinin aşınma yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri.	85
Şekil 7.16. a) N0, b) N1, c) N5, d) N6 numunelerinin aşınma yüzeylerinin sırasıyla optik ve SEM görüntüleri.	88
Şekil 7.17. Saf ve % 0.1 grafen takviyeli Al kompozitin EKAPlı ve EKAPsız gerinim-gerilim eğrileri.	89

KISALTMALAR ve SİMGELER

Kısaltma/Simgesi	Tanım
Al	Alüminyum
CNT	Karbon Nanotüp
Cu	Bakır
DMF	Dimetilformamid
ECAE	Eşit Kanal Açılı Ekstrüzyon
EKAP	Eş Kanallı Açısal Presleme
GNF	Grafen Nanotabaka
GNP	Grafen Nanotabaka
GNS	Grafen Nanotabaka
GO	Grafen Oksit
Gr	Grafen
HIP	Sıcak İzostatik Presleme
Mg	Magnezyum
MMK	Metal Matrisli Kompozitler
MWNT	Çok Duvarlı Karbon Nanotüp
N	Azot
Ni	Nikel
O	Oksijen
SDS	Sodyum Dedosil Sülfat
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPD	Şiddetli Plastik Deformasyon
SPS	Spark Plazma Sinterleme
SWNT	Tek Duvarlı Karbon Nanotüp
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
Ti	Titanyum
UFG	Ultra İnce Taneli
XPS	X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi

1. GİRİŞ

Günümüzdeki rekabet ortamında, kaliteli ürünlerin daha düşük maliyetlerle piyasaya sürülmesi gerekmektedir. Bu gereklilik endüstrideki yeni nesil malzemelerin geliştirilerek daha kaliteli bir şekilde hazırlanmasını zorunlu kılmaktadır. Endüstrideki birçok mühendislik uygulamalarında daha rijit, hafif ve yüksek dayanımlı malzemelere ihtiyaç duyulmaktadır. 1970'li yılların ardından metal matrisli kompozitler, bu konuda çalışan birçok araştırmacının ilgisini çekmiştir. Birçok farklı mühendislik uygulamasında bu malzemeler sıklıkla kullanılmıştır. Metal matrisli kompozitler olarak adlandırılan bu malzemeler klasik alaşımlara iyi bir alternatif olarak bulunmaktadır. Metal matris malzemeleri arasında; düşük üretim maliyeti, hafifliği, kolay şekillenebilmesi ve düşük ergime sıcaklığına sahip olmasından dolayı alüminyum ve alaşımları ilk sırayı almaktadırlar. Metal matrisli kompozitler; döküm, toz metalurjisi gibi klasik metalurjik üretim teknikleriyle kolayca üretilmektedir. Basit fabrikasyon teknikleriyle şekillendirilip işlenebilmektedir. Birçok farklı metal alaşımının mekanik özellikleri; grafit, bor nitrid, alümina ve silikon karbür gibi yüksek dayanımlı seramiklerle iyileştirilebilmektedir. Böylece tekniğin hızla gelişmesiyle sanayinin temel girdisi olan malzeme ve malzeme bilminde de gelişmelerin hızlanmasına ön ayak olmuştur. Ancak yeryüzünde ana malzemeler sınırlı ölçüde olduğu için, malzemeler ve bu malzemelerin özellikleri ilerleyen teknolojiyi yakalayamamıştır. Bilim adamları çağın getirdiği yeniliklerle birlikte mevcut malzemelerin özelliklerinden, bilimin gelişmesiyle günümüz şartlarına uyacak şekilde gerek ekonomik gerekse teknik yönden daha uygun malzemeler üretme yolunu seçmişlerdir. Böylece daha yüksek mukavemetli, ekonomik aynı zamanda çok hafif malzemelerin üretilmesi için yapılan çalışmalar arttırılmıştır. Dolayısıyla malzemeyi oluşturan bileşenlerin, özellikleri farklı olan kombinasyonlarının meydana getirdiği kompozit malzemeler büyük bir önem kazanmıştır. Teknik uygulamalarda metaller büyük öneme sahipken, kompozit malzemeler uzun kullanım süresi, düşük yoğunlukları ve kolay şekil alabilme kabiliyetleri sebebiyle tercih edilen hale gelmiştir. Kompozit malzemeyi oluşturan kompozisyonlar, üretim yapılan ortamlar, ortamların özellikleriyle ilgili sürekli olarak yeni çalışmalar gerçekleştirilmektedir.

Kompozit malzemeler inşaat, elektronik, spor malzemesi, otomotiv ve havacılık gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Üretimi yapılan kompozit malzemenin sağladığı mekaniksel özellikler için seçilen takviye malzemesi ve matris malzemeleri önem arz etmektedir. Son yıllarda kompozit malzemelere takviye elemanı olarak kullanılan grafene olan ilgi oldukça artmıştır. Karbon allotropu olan grafen; mükemmel özelliklere sahip olmasıyla araştırmacıların dikkatini çekmektedir. Bu çalışmada metal matris için alüminyum ve takviye malzemesi olarak eşsiz özelliklerinden dolayı grafen tercih edilmiştir. Toz metalurjisi yöntemi ile alüminyum matrisli grafen takviyeli kompozitler üretilmiştir. Üretilen kompozit malzemeye eşit kanallı açılal

presleme (EKAP) işlemi uygulanmıştır. Plastik deformasyon teknikleri arasında son yıllarda tane inceltme işlemlerinde EKAP tekniği etkili bir metot olarak kullanılmaktadır [1-4].



2. KAYNAK ARAŞTIRMALARI

2.1. Kompozit Malzemeler

İki veya daha fazla malzemenin, uygun özelliklerini tek malzemede toplamak ya da yeni bir özellik meydana getirmek için, makro düzeyde heterojen karışımla oluşturulan malzemeye kompozit malzeme denir. Kompozit yapı oluşumuyla geliştirilmesi istenen özelliklerin birkaçı şöyle sıralanabilir;

- yorulma dayanımı,
- aşınma dayanımı,
- korozyon dayanımı,
- kırılma tokluğu,
- yüksek sıcaklık özellikleri,
- ısı ve elektrik iletkenliği,
- rijitlik,
- fiyat ve
- estetik görünüm gibidir.

Bu özelliklerin hepsi herhangi bir kompozit malzemede bulunmayabilir. Bu nedenle hangi özelliklerin iyileştirilmesi isteniyorsa kompozit malzeme o sahaya uygun olarak üretilir [3]. Kompozit malzemelerde genellikle 4 koşul istenmektedir:

1. Doğal bir malzemedен olması yani insan yapısı olmaması,
2. Farklı malzemelerin üç boyutlu olarak bir araya getirilmiş olması,
3. Bileşenlerin hiç birinin tek başına sahip olmadığı bir özelliği taşıması,
4. Kimyasal bileşimleri birbirinden farklı belirli arayüzeylerle ayrılmış en az iki malzemenin bir araya getirilmiş olması gibidir [5].

Kompozit malzemelerin genel özellikleri incelenirse: Polimer kompozitler genelde 1.5-2 gr/cm³ yoğunluğa sahiptir. Metal kompozitlerin yoğunluğu 2.5-4.5 gr/cm³ olmakla beraber özelliklerde farklılıklar görülebilir. Seramik kompozitler ise ikisi arasındadır. Bununla beraber görülüyor ki polimer kompozitler diğerlerine göre daha hafiftir. Yüksek mekanik özelliklerinde çekme, basma, darbe, yorulma dayanımları çok yüksektir. Yüksek ısı dayanımlarına sahiptirler ve genleşme katsayıları nispeten düşük olup sert, sağlam bir yapı ve büyük bir boyut kararlılığı gösterirler. Kompozit malzemeler yüksek kimyasal direnç sahiptirler. Asitler, alkaliler, açık hava şartları ve çözücülere karşı direnç gösterirler. Bu nedenle kimya tesisleri için tercih edilen malzemelerdir. Elektriksel özellikleri isteğe bağlı olarak ayarlanabilir [6].



Şekil 2.1. Kompozit malzemesi [6].

Kompozit malzemelerin, metallere göre avantajlarını ve dezavantajlarını şu şekilde sıralayabiliriz.

Avantajları:

- Çatlak ilerlemesi olayı minimize edilmiştir.
- Korozyon problemi yoktur. Burada malzemelerin uygun şekilde seçilmesine dikkat edilmelidir. Aksi takdirde birbirleri ile temasta bulunan malzemeler galvanik korozyona neden olacaktır.
- Kompozitlerden bazıları çok yüksek akma gerilmesi değerlerine sahiptir.
- Kopma uzaması metallere göre daha yüksektir.
- Ağırlıkça tasarruf edilmiştir.
- Titreşimleri absorbe edebilme özelliğine sahiptir.
- Yorulma dirençleri oldukça yüksektir.

Dezavantajları:

- Metallere yapışmazlar. Bu nedenle fırınlanmadan kullanılamazlar.
- Üretimi nispeten pahalıdır.
- Nem ve hava zerrecikleri, kompozitlerin mekanik ve yorulma özelliklerini olumsuz yönde etkiler.
- Delik delme ve kesme türü işlemler liflerde açılmaya yol açmaktadır.
- Değişik doğrultularda farklı mekanik özellikler gösterirler. Aynı kompozit malzemeler için çekme, basma, kesme, eğilme mukavemet değerleri farklıdır. Elyaf doğrultusundaki elastik modülü, elyafa dik doğrultudaki elastik modülünden daha büyüktür [7].

Kompozit malzemeler anayapının kimyasal ve fiziksel yapısına göre genel olarak metal esaslı, polimer esaslı ve seramik esaslı olarak Tablo 2.1’ de gösterildiği gibi 3’ e ayrılır [8].

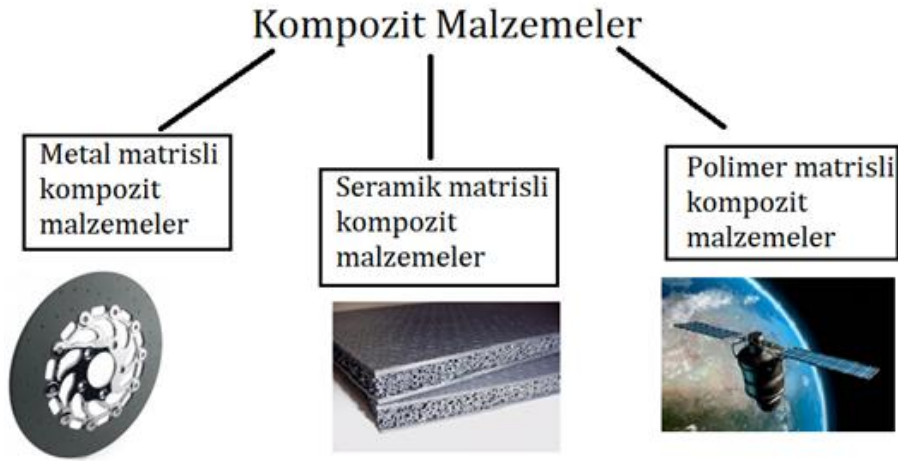
Tablo 2.1. Matriks, Takviye Elemanı ve Kompozit Yapı Tipleri [3].

Matriks Malzemeleri	Takviye Elemanları	Kompozit Yapının Şekli
Polimerler	Lifler	Tabakalar
Metaller	Whiskers	Film – Folye
Seramikler	Pudra	Honey – Combs
	Yonga	Filament Sarılmış Yapılar
	Granül	Kaplamalar

Metal matrisli kompozitler (MMK) yüksek elastik modülü, yüksek çekme ve basma gerilmesi, yüksek sıcaklıklarda kullanılabilme özelliklerine sahip olmalarıyla birlikte metallerin süneklik ve tokluğunu, seramiklerin yüksek mukavemet ve yüksek elastik modül özelliklerinin bir araya getirilmesiyle son derece önemli mühendislik malzemeleri haline gelmişlerdir. MMK üretiminde her türlü hafif metaller matris malzemesi olarak kullanılabilirken, genellikle alüminyum ve alaşımları ilk sırayı almaktadırlar. Bu alaşımların tercih edilmesinin nedeni düşük yoğunluk, düşük ergime sıcaklığına sahip olmaları ve birçok seramik takviye elemanını kolay ıslatabilmeleridir [9].

Polimer matrisli kompozit malzemelerin üretim yöntemleri diğer kompozit malzemelerin üretimlerine göre daha ucuz ve basittir. Bu nedenle yaygın kullanım alanına sahiptir. Polimer matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak; epoksi ve polyester gibi termoset plastikler ile termoplastik polyester, poliamid (PA), politetrafloretilen (PTFA), polietilen (PE) gibi termoplastik malzemeler kullanılmaktadır. Takviye elemanı olarak ise cam, aramid, karbon, polietilen, bor, Al_2O_3 ve SiC kullanılmaktadır [10].

Seramik matrisli kompozit malzemeler ise yüksek sıcaklığa dayanıklı ve hafif oldukları için oldukça kullanışlıdır. Seramik esaslı kompozit malzemeler genellikle yüksek sıcaklıkta çalışması gereken parçalar için kullanılırlar. Sert ve kırılgan malzemeler olan seramik malzemeler çok düşük süneklik ve tokluğa sahiptirler. Ayrıca termal şoklara karşı dayanıksızdırlar. Bu nedenle çoğunlukla liflerle takviye edilirler. Aynı zamanda çok yüksek elastiklik modülüne, düşük yoğunluğa ve çok yüksek çalışma sıcaklıklarına sahiptirler. Seramik kompozitler, yüksek sıcaklıklara karşı çok iyi dayanım göstermekle birlikte rijit ve gevrek bir yapıya sahiptirler [11].

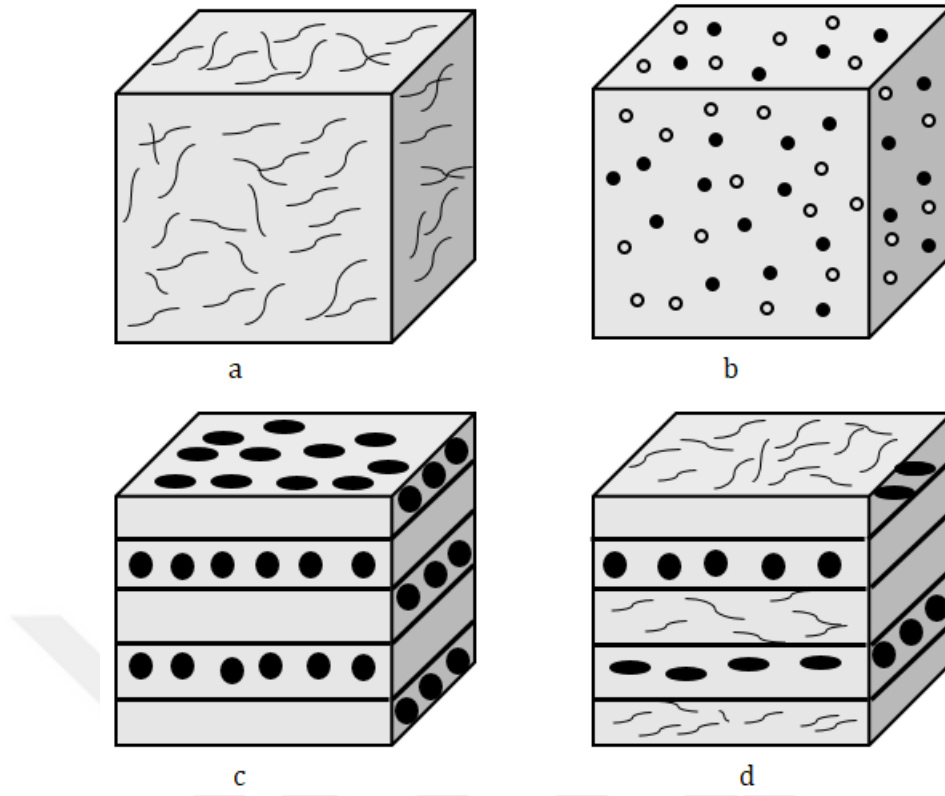


Şekil 2.2. Kompozit malzemelerin matrislerine göre sınıflandırılması [12].

Kompozitler genel olarak anayapı içerisinde dağılım gösteren anayapıdan farklı olan takviye fazı ile birleşmesinden meydana gelen bir sistemdir. Kompozit malzemesinin mekanik özellikleri üzerinde yapıyı oluşturan matris ve takviye malzemelerinin özellikleri, hacim oranları, matris ve takviye bileşenleri arasındaki bağın özellikleri, geometrisi, dağılımı, farklı takviyelerin tane sınır özellikleri gibi çeşitli değişkenler etkili olmaktadır. Kompozit yapıda matris ve takviye fazı birbiri içerisinde çözünmemelidir. Ancak çok az miktarda çözünürlük matris ve takviye fazı arasında güçlü bir bağın oluşumunu olumlu yönde etkileyebilmektedir. Matris malzemesinin görevi, takviyeleri bir arada tutmak ve malzemenin şekilsel bütünlüğünü korumaktır. Takviye malzemesi ise, matris malzemesinin iyileştirilmesi istenilen özelliklerini geliştirmek amacıyla kullanılmaktadır [13].

Aynı zamanda kompozit malzemeler takviye elemanlarının şekil ve yerleştirilmesine göre Şekil 2.3' de görüldüğü gibi 4 kısıma ayrılır:

- a. Elyafli kompozitler
- b. Parçacıklı kompozitler
- c. Tabakalı kompozitler
- d. Karma kompozitlerdir.



Şekil 2.3. Takviye elemanlarının şekli [14].

Elyaf (fiber) takviyeli kompozitler (tek tabaka kompozitler): Bu kompozit tipi ince elyafların matris yapısı içerisinde yer almasıyla meydana gelmiştir. Elyafların matris içerisindeki yerleşimi kompozit malzemenin mukavemetini etkileyen önemli bir unsurdur.

Parçacıklı kompozitler ise bir matris malzeme içinde başka bir malzemenin parçacıklar halinde bulunması sonucunda elde edilirler. İzotrop davranış gösterirler. Yapının mukavemeti parçacıkların sertliğine bağlıdır. En yaygın tipe örnek plastik matris içinde yer alan metal parçacıklardır.

Tabakalı kompozit yapı, en eski ve en yaygın kullanım alanına sahip olan malzemelerdir. Farklı elyaf yönlenmelerine sahip tabakaların birleşmesiyle çok yüksek mukaveket değerleri ortaya çıkar. Isıya ve neme dayanıklı yapılardır. Metallere göre hafif ve aynı zamanda mukavemetli olmalarından dolayı tercih edilen malzemelerdir.

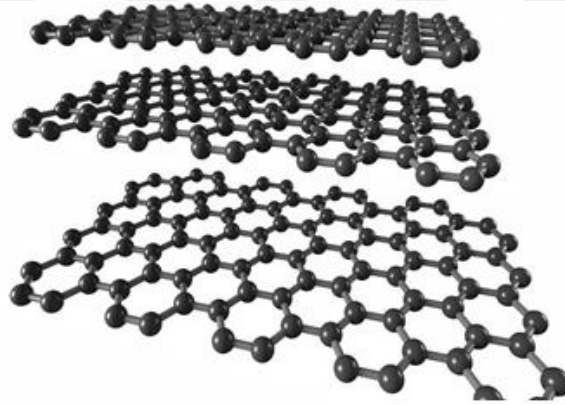
Karma kompozitler ise aynı kompozit yapıda iki ya da daha fazla elyaf çeşidinin bulunmasıyla oluşur. Bu tip kompozitlere hibrit kompozitler denir. Bu alan yeni tip kompozitlerin geliştirilmesine uygun bir alandır [14].

3. KOMPOZİTLERDE TAKVİYE MALZEMESİ OLARAK KULLANILAN KARBON ESASLI 2 BOYUTLU MALZEME

3.1. Grafen

Hekzagonal yapı içerisinde düzenli karbon atomlarının sp^2 hibritleşmesi yaparak oluşturduğu tek katmanlı nano parçacık grafen adını alır. İki boyutlu olup, tek atom kalınlığında ve kuvvetli bağ yapısına sahip eşsiz moleküler bir yapı olan grafen, elektriksel, elektrokimyasal, optik, termal ve mekaniksel olarak sıra dışı özelliklere sahiptir [15].

Karbon (C) ametal olup atom numarası 6 olan periyodik cetvelin 4A gurubunun ilk sırasında bulunan elementtir. Elektron dizilimi $1s^2 2s^2 2p^2$ dir. Grafen, karbon esaslı olup karbonun bal peteği örgülü iki boyutlu yapısındadır. Keşfedildiği tarihten bu yana araştırmacılar tarafından incelenmeye devam etmektedir [16].



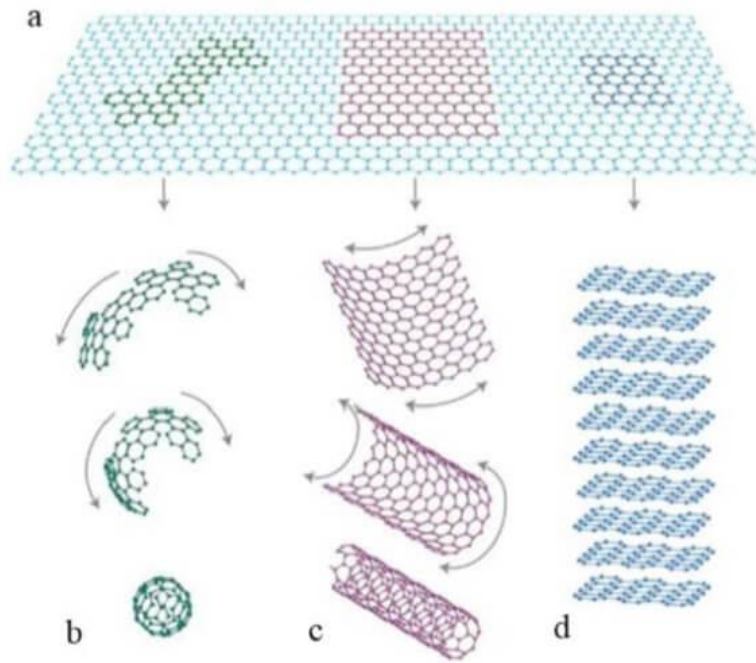
Şekil 3.1. Grafen modeli [17].

Tüm terimsel açıklamaları kenara bırakırsak grafeni şu basit örnekle açıklamak mümkündür. Eğer bir kitabın tamamını grafit olarak düşünecek olursanız; grafen, o kitabın tek bir sayfasına verilen isimdir [17].

Grafen, özellikle son zamanlarda adı çok duyulan ve üzerinde oldukça konuşulan konulardan birisidir. Karbon atomlarının farklı dizilişleri sonucunda birbirinden farklı yapılar meydana gelir. Elmasta ve grafitte olduğu gibi grafen bir karbon allotropudur. Kurşun kalemlerde kullanılan grafit çok kırılgan ve yumuşak bir yapıya sahipken, elmas dünyanın en sert ve dayanıklı malzemelerinden birisidir. Küçük cihazlar için grafen: Elektrik iletimini çok küçük bir alanda dahi sağlayabilen, çalışmak için çok küçük miktarda güce ihtiyaç duyan süper hızlı bilgisayarlar ve transistör araştırmalarında kullanılır. Grafen esnek, güçlü ve şeffaftır [18]. Tüm bu önemli özellikleri ile grafen materyali, su geçirmeyen kıyafetler, koruma ekipmanları, termal ve elektriksel iletkenliğinde, nanokompozitleri güçlendirmede, saydam iletken filmlerde, ultra ince karbon filmlerde, elektronik devrelerde, sensörlerde (kimyasal ve biyosensörler), ilaç ve gen

salınım araçlarında, ağır metalleri ayrıştırmada, nanoelektronikte, ekranlar için saydam ve esnek elektrotlarda, enerji depolama cihazlarında uygulama alanları bulmaktadır [16].

Araştırmacılar grafen üzerine yaptıkları çalışmalarda kararlı bir yapı elde etmek için uğraşmışlardır. Grafen, aslında ilk kez 2004 yılında Manchester Üniversitesinden Andre Geim ve Konstantin Sergeevich Novoselov isimli iki bilim insanı tarafından çok farklı bir şekilde ortaya konulmuş yeni bir malzemedir. Bu iki boyutlu malzeme, altı adet karbon halkalarının bir araya gelmesiyle oluşan nanokarbon tabakalarıdır. Şekil 3.2’ de gösterilen grafen, karbon nanotüp ve fulleren birçok fizikçi ve kimyagerin odak noktası olmuştur. Böylece üç boyutlu elmas ve grafit, tek boyutlu nanotüpler ve karbonun sıfır boyutlu fulleren allotropları bilinmiştir [19].



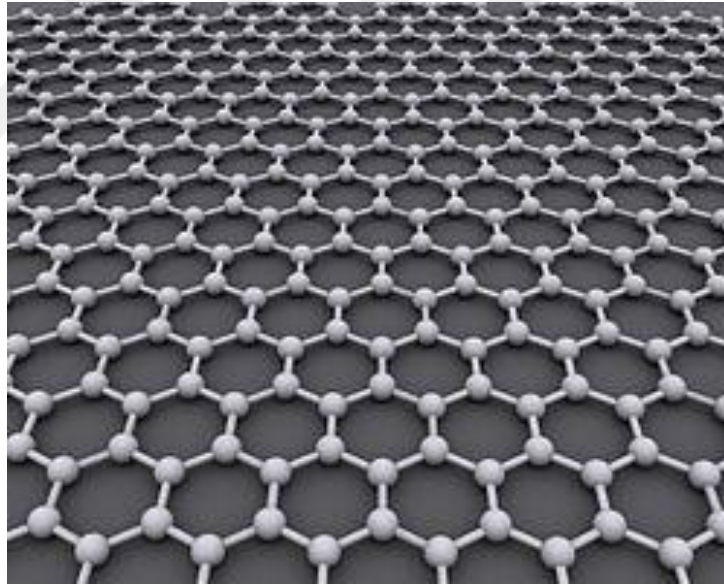
Şekil 3.2. Karbon esaslı malzemeler. a) Grafen, b) Fulleren, c) Nanotüp, d) Grafit [18].

Grafen birçok farklı üretim yöntemiyle elde edilebilmektedir. Grafen ve kimyasal olarak değiştirilmiş grafit ve grafit türevlerinden her biri farklı avantajlara ve dezavantajlara sahiptir [20]. Üretim yöntemlerine örnek olarak eksfolasyon, kimyasal buhar biriktirme, grafen oksitin indirgenmesi, mekanik pullandırma, sıvı faz pullandırma verilebilir [21].

Grafenin özelliklerine bakıldığında 100 nm < kalın trombositlerden, tek katmanlı grafene kadar grafit malzemesinin tüm formlarını kapsamaktadır. Takviye için kullanılacak katman sayısını belirlemek için yapılan çalışmalarda tek katmanın iki katmanlı grafenden daha yüksek gerilime sahip olduğu bulunmuştur [22]. Bununla birlikte ideal grafen yapısı tek tabakalı olmalıdır. İdeal, bir tek tabakalı grafenin tahmin edilen yüzey alanı 2600 m²/ gr, kalınlığı 1-2 nm, termal iletkenliği 4840-5300 W/(mK), gerçek yoğunluğu 2.25 g/cm³, elastisite modülü 1 TPa olup, grafenin diğer özellikleri Tablo 3.1’ de verilmiştir [23].

Tablo 3.1. Tek Tabakalı Grafenin Genel Özellikleri [22].

Özellikler	Değer
Hibrit şekli	sp^2
Tabaka sayısı	Tek tabakalı
Kristal yapısı	Hegzagonal
Boyut	İki
Saflık derecesi (%)	99
Kütlesel (bulk) yoğunluk (g/cm^3)	~ 0.3
Gerçek yoğunluk (g/cm^3)	2.25
Kalınlık (nm)	$\sim 1-2$
Yüzey alanı (m^2/g)	2600
Yüksek sıcaklık direnci	-75 +200 °C arasında özellikleri değişmiyor.
Termal iletkenliği (W/mK)	4840-5300
Elektron hareketliliği $cm^2/(V.s)$	$\sim 2.5 \times 10^5$
Elastisite modülü (TPa)	~ 1

**Şekil 3.3.** Tek katmanlı grafenin moleküler modeli [22].

Grafenin bilinen en ince malzeme olmasının yanında güçlü karbon bağları, grafeni bilinen en güçlü malzeme de yapmaktadır. Çelikten 300 kat daha güçlü, elmastan çok daha sert yapısı ve elmastan daha iyi bir ısı iletkeni olmasından dolayı grafene, “gelecek yüzyılın en önemli malzemesi” gözüyle bakılmaktadır. Bunlara ek olarak grafen, kolayca esneyebilmekte ve değişik formlardaki birçok malzemenin yüzeyine kolayca kaplanabilmektedir. Tüm bu olağanüstü özellikleri sebebiyle yakın gelecekte grafenin; otomotiv ve havacılık sektörü, elektrik-elektronik

sektörü, robot yapımı, güneş hücreleri, enerji depolama, telekomünikasyon, biyokimya, tıp gibi birçok alanda kullanılması beklenmektedir [23,24].



4. METAL MATRİSLİ GRAFEN TAKVİYELİ KOMPOZİTLER

Metal matrisli kompozitler (MMK); ana yapının metalden oluştuğu ve takviye elemanı olarak seramik veya organik bir malzeme kullanılan kompozitlerdir. MMK malzemeler, geleneksel mühendislik malzemelerine göre yüksek mukavemet, düşük yoğunluk, güçlendirilmiş mekanik ve ısı özellikler ve kolay şekillendirilmelerinden dolayı çok çeşitli uygulamalarda tercih edilmektedir. Gelişen teknolojiyle birlikte metal matrisli kompozitler otomotivde motor blokları, piston, biyeller, akü plakalarında, elektrikte motor fırçaları, kablo ve elektrik kontakları, ev aletleri akü plakalarında, tıpta, tekerlekli sandalyelerde, spor malzemelerinde, tekstil sanayide, uzay ve havacılıkta, aşınmaya karşı dirençli malzemeler gibi birçok endüstriyel alanda giderek artan bir ilgiyle kullanılmaya devam etmektedir. MMK' lardaki matris malzemelerinin en önemli görevlerinden biri, kompozit malzemeye gelen yüklerin homojen bir şekilde takviye elemanlarına dağıtılmasını sağlamaktır [23,25].

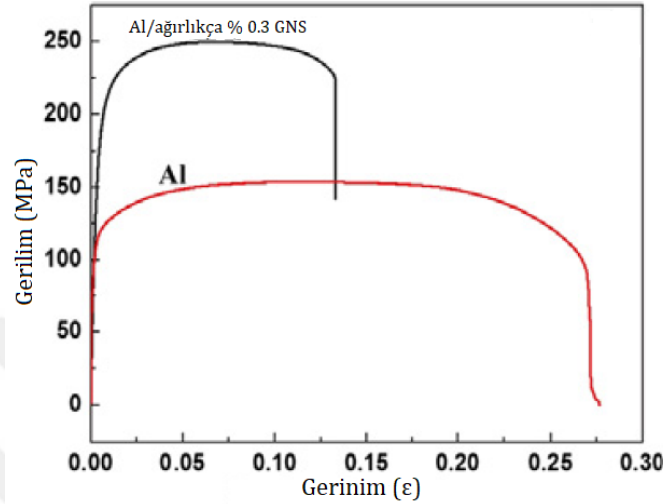
Matris olarak alüminyum (Al), nikel (Ni), magnezyum (Mg), çinko (Zn), bakır (Cu) ve titanyum (Ti) veya bunların alaşımları kullanılmaktadır. Kompozit malzemelerin özelliklerinin geliştirilmesinde matris malzemesi kadar takviye elemanı da önemlidir. Takviye malzemesi olarak ise silisyum karbür (SiC), bor (B), grafit, alümina (Al_2O_3), tungsten (W), molibden (Mo) ve karbon esaslı (grafen, karbon nanotüp) gibi malzemeler kullanılmaktadır. Grafenin sahip olduğu süper-esnek, süper-sağlam, süper-hafif ve süper-ince gibi özellikleri sayesinde grafen endüstrinin neredeyse tüm uygulamalarında kullanılabilecek bir malzemedir. Grafen bu üstün mekanik özellikleri nedeniyle kompozit üretiminde son yıllarda önemli bir takviye elemanı haline gelmiştir. Bu sebeple, bu alanda yapılan çalışmalar son yıllarda hızla önem kazanmaya başlamıştır [26].

4.1. Alüminyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler

Alüminyum ve alaşımları, takviye malzemeleri ile uyumluluğu, hafif olması, yüksek elektrik iletkenliği ve yüksek ısı iletkenliği gibi özelliklere sahip olması sebebiyle geniş uygulama alanlarına sahiptir. Bununla birlikte metal matrisli kompozit malzemelerde matris malzemesi olarak ilk sıralarda tercih edilmektedirler. Grafen ise sahip olduğu olağanüstü özellikler sebebiyle takviye malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bunun üzerine çeşitli araştırmalar yapılmıştır.

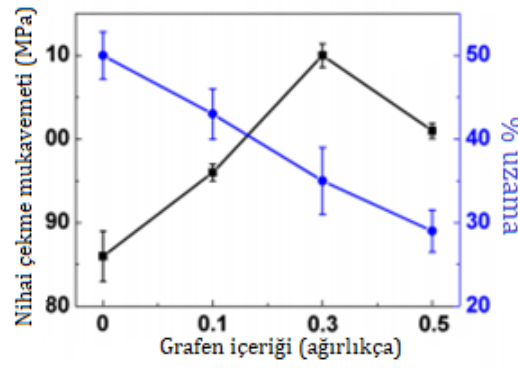
Yapılan deneyler sonrasında grafenle ilgili bulgulara örnek olarak: Wang ve arkadaşlarının gerçekleştirdiği araştırmada; grafenin, 125 GPa' lık yüksek bir kırılma mukavemetine sahip olup, kompozit malzemeler için ideal bir takviye oluşturduğunu söylemişlerdir. Grafen nanotabakalar (GNSs) ile güçlendirilmiş alüminyum (Al) kompozitlerini, kısmi toz metalurjisine dayanan uygulanabilir bir metodla imal etmişlerdir. Alüminyum matrisli

malzemeye ağırlıkça % 0.3 grafen nanotabaka ilave etmişler ve 249 MPa'lık çekme mukavemetine sahip olduğunu görmüşlerdir. Şekil 4.1' de gösterildiği gibi takviye edilmemiş alüminyum matrise göre çekme mukavemetinde % 62'lik bir artış olduğunu gözlemlemişlerdir. Aynı zamanda takviye edilmemiş alüminyumun diğer malzemeye göre daha yüksek tokluk değerine sahip olduğu görülmüştür [27].



Şekil 4.1. Al ve % 0.3 grafen nanotabaka ilavesiyle Al'ın çekme mukavemeti [27].

Başka bir çalışmada Gao ve arkadaşları, toz metalurjisi yöntemi ile grafen takviyeli alüminyum kompozit malzemeleri üretmişlerdir. Grafenin matris içinde homojen dağılımını sağlamışlardır. Ağırlıkça % 0.1, % 0.3 ve % 0.5 oranında üretilmiş olan grafen takviyeli alüminyum kompozitlerin çekme dayanımının başlangıçta arttığını gözlemlemişlerdir. Ancak grafen takviyesinin artmasıyla çekme dayanımında azalma olduğunu görmüşlerdir. Şekil 4.2' de görüldüğü üzere kompozitin grafen içeriği % 0.3 olduğunda çekme dayanımının maksimuma ulaştığını ve % 0.5 grafen takviyesiyle çekme dayanımında azalma meydana geldiğini gözlemlemişlerdir. Bununla birlikte alüminyum matrise grafen takviye edildikçe kompozit malzeme % uzamanın azaldığı görülmüştür [28].



Şekil 4.2. Grafen içeriği ile çekme dayanımı değişimi [28].

Son yıllarda grafen, benzersiz özelliklerinden dolayı bilimin her alanında ilgi uyandırdığı için Rashad ve arkadaşları kısmi toz yöntemi ile sıcak ekstrüzyonun kullanıldığı alüminyum grafen konusu üzerinde çalışmalar yapmıştır. Alüminyum matris içerisine homojen olarak dağıttıkları, ağırlıkça % 0.3 grafen nanotabanın deformasyonu önlemek için etkili bir takviye dolgu maddesi olarak işlev gösterdiğini görmüşlerdir. Ağırlıkça % 0.3 oranında grafen nanotabaka takviyesi sonucu Tablo 4.1’de olduğu gibi saf alüminyumun akma dayanımı ile çekme mukavemetinin arttığını, basma dayanımının ise düştüğünü gözlemlemişlerdir. Akma dayanımında 170 MPa’ dan 195 MPa’ a kadar bir artış, çekme mukavemetinde ise 252 MPa’ dan 280 MPa’ a kadar artış olduğu görülmüştür. Saf alüminyum ile karşılaştırdıklarında ağırlıkça % 0.3’ lük GNP ilaveli kompozitin, % 0.2’ lik akma dayanımında % 14.7’ lik artış olduğunu saptamışlardır. Çekme mukavemetinde ise GNP takviyesiyle % 11.1 artış olduğunu dile getirmişlerdir [29].

Tablo 4.1. Oda sıcaklığında Al ve Al-% 0.3 GNP kompozitinin mekaniksel özellikleri [29].

Malzemeler	Gerilim			Basma			Sertlik
	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai basma mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)	
Saf Al	170±5	252±4.5	13.4±2	200±4	493±9	45.2±4	76±5
Al/ağırlıkça % 0.3 GNPs	195±3	280±5	9.53±1.5	199±3.4	457±7.8	37.6±3	85±5

Venkatesan ve Xavier ise yaptıkları mevcut çalışmada, 7050 alüminyum alaşımına farklı oranlarda grafen ilave etmiş ve karıştırma döküm yöntemiyle üretmişlerdir. Ardından mekaniksel özelliklerini incelemişlerdir. % 0.33, % 0.55 ve % 0.77 gibi farklı ağırlık paylarında grafenin takviyesiyle alüminyum metal matrisin mekanik davranışını incelemişlerdir. Çalışma sonucunda,

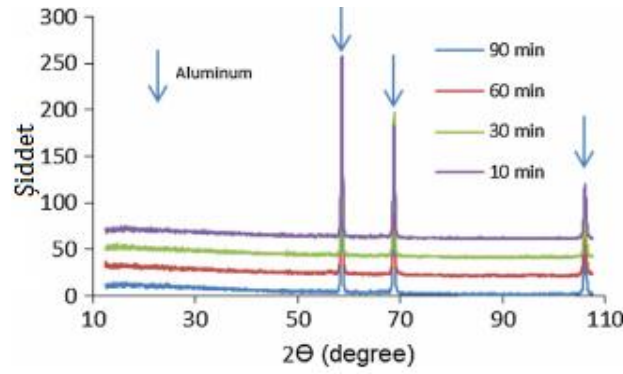
karıştırma döküm yöntemiyle optimum sonuçların elde edilmesi için Tablo 4.2' de gösterildiği gibi ağırlıkça % 0.33 grafen oranını önerdiklerini ortaya koymuşlardır. Çünkü numuneler üzerindeki çekme testinin sonuçlarında, ağırlıkça % 0.33 grafenin eklenmesinin çekme mukavemetini 90 MPa' dan 145 MPa' a arttırarak % 60 oranında iyileştirme yaptığını görmüşlerdir. Bu artışın grafenin yapı içerisinde homojen bir şekilde dağılması sonucunda olduğunu söylemişlerdir. Aynı zamanda ağırlıkça % 0.55 ve % 0.77 oranlarında grafen eklenmesiyle birlikte çekme dayanımında azalma olduğunu tespit etmişlerdir [30].

Tablo 4.2. Kompozit malzemenin çekme dayanımı [30].

Açıklama	Al 7050	Al +% 0.33 Graphene	Al+% 0.55 Graphene	Al+% 0.77 Graphene
Nihai çekme mukavemeti (MPa)	90	145	55	47

Yang ve arkadaşları, grafen takviyeli alüminyum matris nanokompozitlerini, toz metalurjisi ile başarıyla sentezlenmişlerdir. Kompozit içerisinde grafen içeriği ağırlıkça % 0.3' tür. Bu çalışmada çekme mukavemetine ve akma dayanımı incelenmiştir. Testlere göre verilerde % 0.3 grafen ilaveli kompozitin çekme mukavemetinin 454 MPa ve akma dayanımının 322 MPa olduğunu saptamışlardır. Saf alüminyum alaşımına kıyasla sırasıyla % 25 ve % 58' lik bir artış sağlandığını gözlemlemişlerdir. Aynı zamanda süneklik özelliğinin de saf alaşımla aynı hatta biraz daha iyi olduğunu tespit etmişlerdir [31].

Bir başka çalışmada Bastwros ve arkadaşları, 6061 alüminyum (Al) alaşımına ağırlıkça % 1 grafen ilave ederek bilyalı değirmen ve ardından oda sıcaklığında ön sıkıştırma ve son olarak kısmi katı rejimde sıcak sıkıştırma ile imal etmişlerdir. Bilyalı öğütme süresi 10 dakika ile 90 dakika arasında değişip, 10 ve 30 dakikalık bilyalı öğütme sürelerinin, grafenin homojen olarak 6061 Al matrisine dağılması için yeterli olmadığını görmüşlerdir. Şekil 4.3' te verildiği gibi ağırlıkça % 1 grafen içeren 6061 Al kompozitinde mukavemet artışı, referans olarak 6061 Al numunesine kıyasla 60 dakika ve 90 dakika süreleri için % 47 ve % 34 oranlarında olduğunu gözlemlemişlerdir. Mukavemetin, grafenin matris fazı içerisinde dağılımıyla önemli derecede etkilendiği sonucuna varmışlardır [32].

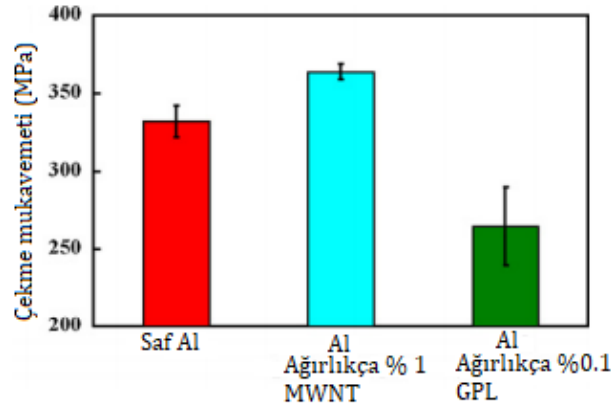


Şekil 4.3. Farklı öğütme sürelerinde 6061 Al-ağırlıkça % 1 grafen numunelerinin XRD analizi [32].

Bartolucci ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada saf alüminyumun, çok duvarlı karbon nanotüpün (MWNT) ve grafen takviyeli alüminyum kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini karşılaştırmışlardır. Saf alüminyum ve çok duvarlı karbon nanotüp kompozitlerini; ağırlıkça % 1 grafen takviyeli alüminyum kompozit ile karşılaştırdıklarında, ağırlıkça % 1 MWNT ile takviye edilmiş alüminyumun, test edilen malzemeler arasında Tablo 4.3’ de görüldüğü üzere en yüksek sertliği sergilediğini bulmuşlardır. Araştırmacılar alüminyum nanokompozitleri frezeleme, sıcak izostatik presleme ve sıcak ekstrüzyon ile üretmişlerdir. Yapılan testler sonucunda, Şekil 4.4’ de olduğu gibi nanotüp kompozitinin çekme mukavemeti taban çizgisine göre ~ % 12 daha büyükken, grafen kompoziti taban alüminyum ile karşılaştırıldığında ~ % 18 daha düşük çekme mukavemeti gösterdiğini görmüşlerdir [33].

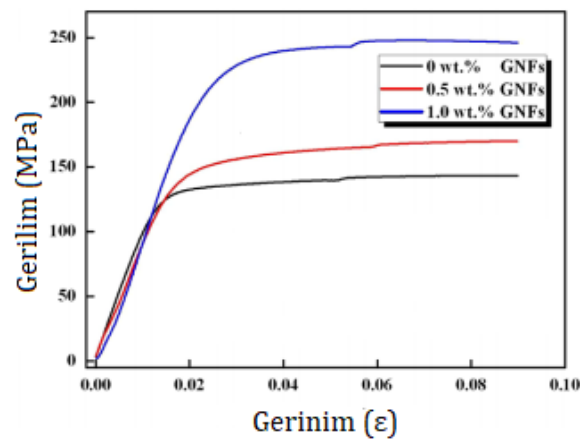
Tablo 4.3. Çeşitli malzemeler ve koşullar için Vickers sertlik verileri [33].

Malzemeler	Şartlar	Sertlik
Saf Al	presleme	83±9
	ekstrüzyon	96±7
Al-ağırlıkça % 1.0 MWNT	presleme	102±4
	ekstrüzyon	102±1
Al- ağırlıkça % 0.1 grafen	presleme	99±5
	ekstrüzyon	84±5

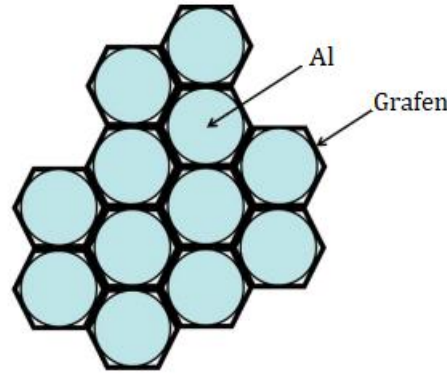


Şekil 4.4. Çeşitli malzemeler için çekme mukavemeti [33].

Li ve arkadaşları ise mevcut çalışmalarında sıcak ekstrüzyon ve kriyolama yoluyla nano yapılu alüminyum grafen kompozitlerini hazırlamışlardır. Kompozitin mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Alüminyum grafen bileşiklerinin Şekil 4.5' de verilen gerilim gerinim eğrisini oluşturmuşlardır. İncelendiğinde grafen nanotabakaların (GNFs) ilavesiyle mukavemet önemli ölçüde artmıştır. % 0.5 oranında GNF eklenmesiyle, hem akma mukavemeti hem de çekme mukavemeti, saf alüminyum numuneye göre sırasıyla % 8.8 ve % 17.7 arttığını gözlemlemişlerdir. % 1 oranında GNF eklenmesiyle yine hem akma mukavemeti hem de çekme mukavemetinde artış olduğunu görmüşlerdir. Bu etkiyi; alaşım matrisinde süper yüksek mukavemetli, nanometrik bir boyuta ve homojen dağılıma sahip GNF' lere bağlamışlardır. Bununla birlikte, ağırlıkça % 1 grafen nanotabakaların üzerinde mukavemetin ve sünekliğin, grafen nanotabakaların kümelenmesinden dolayı keskin bir şekilde düştüğünü söylemişlerdir. Genellikle, takviye maddelerinin içeriğinin artmasıyla, matris içine homojen olarak dağılmasının gittikçe daha zor olacağını kabul etmişlerdir. Şekil 4.6' da alüminyum grafen kompozitinin ideal nanoyapısını gösteren şematik verilmiştir [34].



Şekil 4.5. Oda sıcaklığında % 0, % 0.5, % 1 grafen ile takviye edilmiş kompozit numunelerin mühendislik gerilme-şekil değiştirme eğrileri [34].



Şekil 4.6. Alüminyum grafen kompozitinin ideal nanoyapısını gösteren şematik model [34].

4.2. Bakır Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler

Bakırın doğal özellikleri yüksek termal ve elektrik iletkenliği gibi ve grafenin keşfiyle etkileyici termik, elektriksel ve mekanik özelliklerinden dolayı bakır (Cu) grafen kompozitleri hakkında araştırmalar yapılmıştır. Li ve arkadaşları, farklı miktarda grafen nanotabaka (GNS) içeren sıcak preslenmiş bakır esaslı kompozitler ile aynı yöntemle üretilen bakır grafit kompozitlerinin mekanik ve tribolojik özelliklerini karşılaştırmışlardır. Bakır grafit kompozitleri; grafitin kendiliğinden yağlayıcı özelliği sayesinde fırçalar, temas şeritleri ve rulman malzemeleri gibi birçok endüstriyel uygulamada yaygın olarak kullanılan yüksek performanslı bir malzeme olmasını sağladığı için dikkat çekmiştir. Aynı zamanda grafit için, daha düşük sürtünme ve yıpranma elde etmek amacıyla kompozitlerin mekanik özelliklerini (sertlik ve bükülme mukavemeti gibi) düşüren bakır içerisine dahil edildiğini söylemişlerdir.

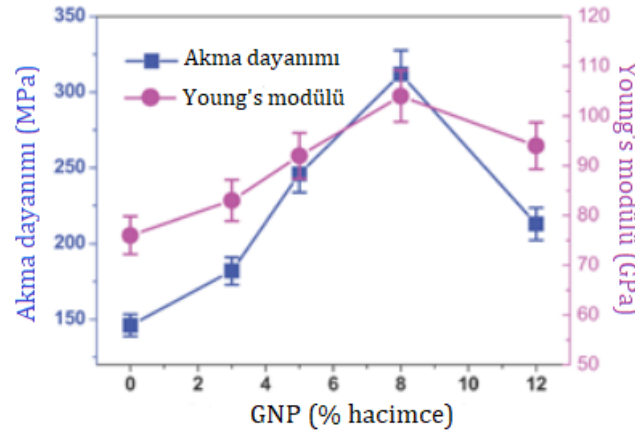
Deneyler sonucunda bakır grafen nanotabaka bileşiklerinin, bakır grafit kompozitlerine kıyasla daha yüksek bağıl yoğunluk, mikro sertlik ve bükülme mukavemeti sergilediğini gözlemlemişlerdir. Ayrıca sürtünme katsayıları ve aşınma oranları, grafen nanotabaka ilave edilerek önemli ölçüde azalırken sürtünmeyi ve aşınmayı azaltmak üzerine grafitin sınırlı bir etkisi olduğunu söylemişlerdir. Bakır grafen nanotabaka kompozitleri grafit ile karşılaştırıldığında grafen nanotabakalarının daha yüksek yağlama verimi olmasının yanında benzersiz güçlendirme etkisine değinmişler ve tüm bu özellikleri sayesinde ideal bir takviye maddesi olduğunu söylemişlerdir. Bileşiklerin bağıl yoğunluk, mikro sertlik ve eğme mukavemeti gibi mekanik özellikleri Tablo 4.4' de gösterilmiştir.

Tablo 4.4. Bileşiklerin bağıl yoğunluk, mikro sertlik ve bükülme mukavemeti gibi mekanik özellikleri [35].

Takviyelerin hacim oranı (%)	Cu-Gr kompozit			Cu-GNPs kompozit		
	Bağıl yoğunluk (%)	Mikro sertlik (HV)	Eğilme direnci (MPa)	Bağıl yoğunluk (%)	Mikro sertlik (HV)	Eğilme direnci (MPa)
2.5	98.9	66.5	362.03	99.1	67.8	441.27
5	98.5	69.2	294.39	98.9	71.7	301.16
7.5	98.4	74.2	185.68	98.7	97.4	284.01
10	98.2	68.9	149.01	97.5	56.8	211.85

Tablo 4.4' de bağıl yoğunlukların yüksek olduğu görülmüştür. Bakır grafen nanotabaka bileşiklerinin vickers mikro sertliğine bakıldığında, % 7.5' a kadar GNS' lerin ilavesiyle HV 67.8' den HV 97.4' e yükselmiştir. Bakır matrisinin sertliğinin olağanüstü bir şekilde arttırılması, az miktarda GNS ilavesiyle elde edilmiştir. % 10 ilave edildiğinde ise sertlikte düşüş olduğu gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak Cu- % 10 GNS bileşiminin aglomerasyon etkisi yaratması nedeniyle mekanik özellikleri olumsuz etkilediği söylenmiştir. Bakır matris kompozitlerine GNS' lerin maksimum hacim oranının % 7.5 ile sınırlı olduğu onaylanmıştır. Aynı zamanda şekilde görüldüğü gibi GNS ilavesi mukavemette de artış sağlamıştır. GNS' lerin güçlendirilmiş bakır matrisi, temas yüzeyinde daha pürüzsüz ve daha kompakt bir yağlama tribojisi oluşturarak bakır grafit kompozitlerine kıyasla daha yüksek aşınma dayanımı ve daha düşük sürtünme katsayısı gösterdiği bulunmuştur [35].

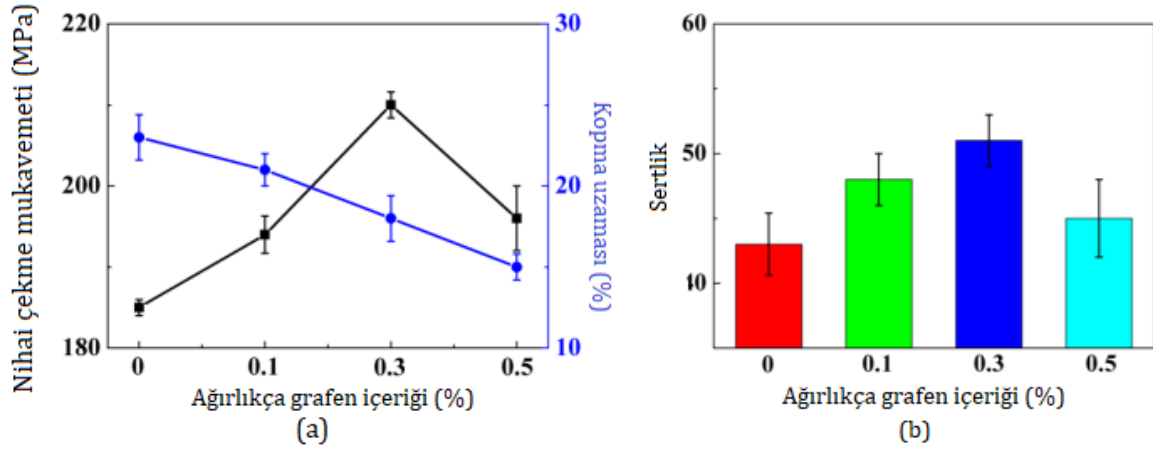
Grafen nanotabakalar (GNPs) ultra yüksek mukavemetli ve elastik modülü sergilediği için metal matris kompozitlerinde potansiyel ideal takviye malzemeleridir. Bu nedenle Chu ve arkadaşları çalışmalarında, bakır matris bileşiklerini güçlendirmek için grafen takviyesi kullanmışlar ve kompozit malzemenin kuvvet artışını incelemişlerdir. Grafen nanotabaka takviyeli bakır matris kompozitlerini, bilyalı öğütme ve sıcak presleme işleminin bir kombinasyonu ile hazırlamışlar ve mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Şekil 4.7' de olduğu gibi maksimum akma dayanımı gösteren 8 vol % içerikli grafen nanotabakaların takviyesiz bakıra kıyasla akma dayanımında artış olduğu ve young modülünün 114 GPa' a kadar çıkmış olup % 37' lik bir artış sağladığını rapor etmişlerdir. Young modülünde kayda değer bir artış olduğu gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak bilyalı öğütme yöntemi ile grafen nanotabakaların bakır matrisinde homojen dağılmış olduğunu söylemişlerdir. Bununla birlikte grafen nanotabakalar ve bakır kompozitlerinin mekanik iyileştirmesinin hala teorik değer altında olduğunu dile getirmişlerdir. Bu sapmanın olası sebepleri tartışılmış ve grafen nanotabakalar ile bakır kompozitlerin mekanik olarak daha çok geliştirilmesi için yöntemler önerilmiştir [36].



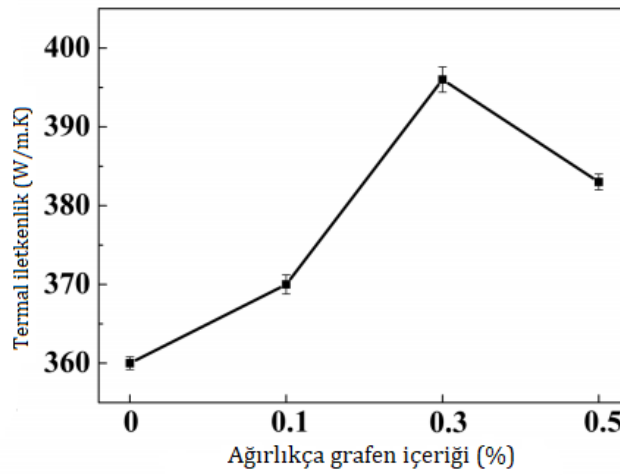
Şekil 4.7. Grafen nanotabakalı kompozit için young modülü ve akma dayanımı [36].

Gao ve arkadaşları grafen takviyeli bakır matris kompozitlerinin mekanik özelliklerini ve ısı iletkenliğini incelemişlerdir. Grafen' in bakır matristeki dağılımı, grafen takviyeli bakır matris bileşiminin mekanik ve fiziksel özelliklerini önemli ölçüde etkiler yorumunu yapmışlardır. Grafen, saf bakıra göre daha yüksek termal iletkenliğe sahiptir. Bu nedenle, bakır matrise grafen eklenmesi, termal iletkenliği arttırabilmektedir. Grafen takviyeli bakır kompozitlerin ısı iletkenliği, grafen içeriği arttıkça kademeli olarak artar ve grafen içeriği ağırlıkça % 0.3 olduğunda, grafen bakır kompozitlerinin termal iletkenliği maksimum bir değere ulaşır sonucuna varmışlardır. Daha yüksek ısı iletkenliği, şu nedenlerle açıklamışlardır: Birincisi, bakır matristeki grafenin homojen dağılımıdır. İkinci olarak, bakır matrisi ve grafen arasındaki temiz ve yakın arayüzey, daha düşük arayüzey ısı direnci elde edebilir şeklindedir. Üçüncü sebep ise, grafenin büyük boyutunun, gözeneklerin, bileşiğin termal iletkenliği üzerindeki katkısını oluşturmaktadır. Grafen içeriği ağırlıkça % 0.3' ün üzerindeyken, bileşiğin ısı iletkenliğinin önemli ölçüde azaldığını tespit etmişlerdir. Bunun nedeni olarak, grafen aglomeralarının oluşumunun bakır tanelerini olumsuz etkilemeleri gösterilmiştir. Bu arada gözeneklilikler ve kusurlarında grafen ve bakır tanesi arasındaki arayüzeylerde artmakta olduğunu dile getirmişlerdir.

Sonuç olarak grafen takviyeli bakır kompozitin de grafen içeriği Şekil 4.8 (a) ile (b) ve Şekil 4.9' da olduğu gibi % 0.3 olduğunda, kompozit malzemenin çekme mukavemeti, sertlik ve ısı iletkenliği en yükseğe ulaştığını bulmuşlardır. Kompozitin çekme mukavemeti, vickers sertliği ve ısı iletkenliği başlangıçta % 0.3 grafen ilavesine kadar artmaktadır. Daha sonra % 0.5 grafen ilavesiyle düştüğünü dile getirmişlerdir [37].



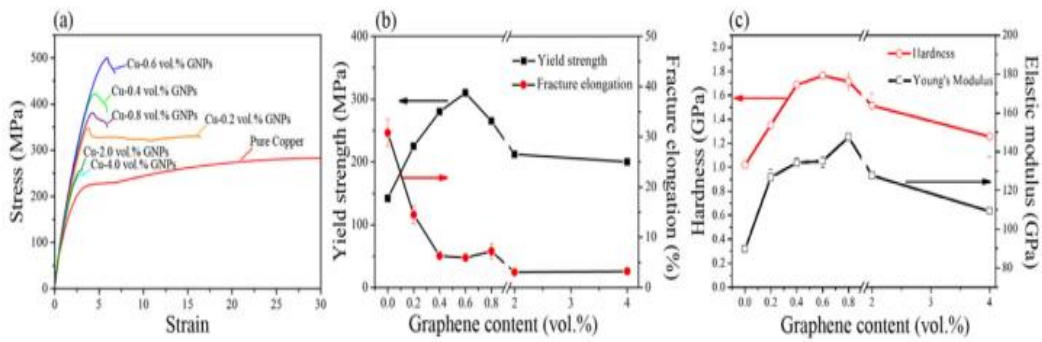
Şekil 4.8. Grafen takviyesiyle a) çekme mukavemeti, b) sertlik değerleri [37].



Şekil 4.9. Grafen takviyesi ile termal iletkenlik değerleri [37].

Huang ve arkadaşları ise grafen içeriğinin bakır matris bileşiklerinin mikroyapısı ve özellikleri üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Grafen nanotabaka takviye edilmiş bakır matrisli kompozitleri moleküler seviyede karıştırma işlemi ve spark plazma sinterleme (SPS) işlemi ile hazırlamışlardır. Kompozitlerin grafen içeriğinin mikroyapı, mekanik performans, elektrik iletkenliği ve tribolojik özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Grafen nano partikül miktarını ayarlayarak, hacimce % 0.2, % 0.4, % 0.6, % 0.8, % 2.0 ve % 4.0 grafen içeren bileşik tozlar imal etmişlerdir. Şekil 4.10' da a şıkında bakır grafen nano partikül kompozitleri için tipik gerilim gerinim eğrisi gösterilmiştir. Dolgu maddesi içeriği hacimce % 2.0' ye yükseldiğinde, gerilme eğrisinde gözle görülür bir geçiş aşaması gözlemlenmemiştir; bu da kırılma modunun plastik kırılmadan elastik kırılmaya dönüştüğü anlamına gelmektedir. Aynı zamanda saf bakırın tokluğu yüksek değerlerdeyken takviye malzemesi eklendikçe toklukta düşüş gözlemlenmiştir. Şekil 4.10' da b şıkında ise grafen içeriğine bağlı olarak akma dayanımı ve kopma uzaması verilmiştir. Saf bakır için ortalama akma dayanımının 142 MPa ve kopma uzamasının yaklaşık % 30 olduğu gözlemlenmiştir. Grafen içeriğinin artmasıyla kopma uzaması % 30' dan % 3.5' a sürekli düştüğü görülmektedir. Aksine akma direnci ilk olarak hacimce % 0.6 grafen içeriğinde

310 MPa'ya yükseldiği ve daha sonra grafen içeriği hacimce % 4'e yükseldiğinde 200 Mpa'ya düştüğü gözlemlenmiştir. Şekil 4.10' da c şikkında grafen takviyesine bağlı olarak elastik modül ve sertlik incelenmiştir. Benzer şekilde, kompozisyondaki hem elastik modül hem de sertlik, azalmadan önce maksimum değerlerine yükseldiğinde, grafen içeriği hacimce % 0.8 olarak tespit edilmiştir. Elde edilen en yüksek elastik modülün ve sertliğin sırasıyla 147 GPa ve 1.75 GPa olduğu görülmüştür. Saf bakır ile kıyaslandığında artışın sırasıyla % 65 ve % 75 olduğunu saptamışlardır. Bakır, çeşitli mekanizmalar yoluyla grafen ile güçlendirilmiştir. Grafen ilavesi, metal matrisinin mikroyapı değişikliklerine neden olmaktadır. Aynı zamanda tribolojik performans için grafen ilavesinin, aşınma direnci ve sürtünme azalması için faydalı olduğunu dile getirmişlerdir [38].



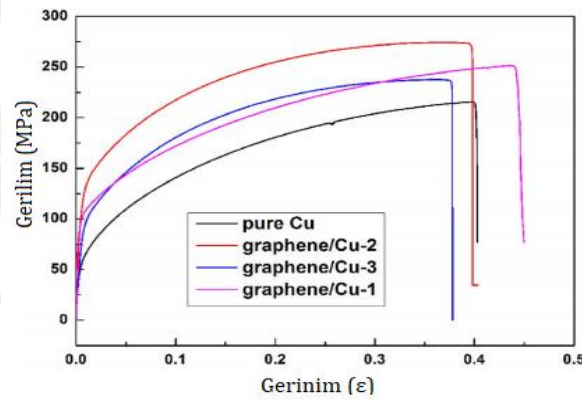
Şekil 4.10. Bakır grafen nano partikül kompozitlerinin a) gerilme-şekil değiştirme eğrileri, b) akma dayanımı ve kopma uzaması, c) elastik modülü ve sertliği [38].

Chen ve arkadaşları In situ tekniği ile üretilen grafen takviyeli bakır matrisli kompozitlerin imalatı üzerine çalışmalar yapmışlardır. SEM ve TEM karakterizasyonu sonuçlarında, bakır tozları üzerinde in situ tekniğiyle büyütülen grafenin homojen bir dağılım sergilediğini ve grafen ile bakır matrisi arasında iyi bir kombinasyonu garanti ettiğini bulmuşlardır. Saf bakır ve grafen takviyeli bakır kompozitlerinin mekanik özellikleri Tablo 4.5' te listelenmiştir. Şekil 4.11' de, grafen takviyeli bakır kompozitlerinin ve saf bakırın gerilim gerinim eğrileri gösterilmiştir. Grafen bakır kompozitlerinin mekanik özelliklerinde belirgin bir iyileşmenin olduğunu açıkça söylemişlerdir. Kompozitler arasında Tablo 4.5' te görüldüğü gibi, grafen/Cu-2' de maksimum değer olan 274 MPa'lık bir çekme mukavemeti ve 144 MPa'lık bir akma mukavemeti sergilediğini rapor etmişlerdir. Saf bakırdan sırasıyla % 27.4 ve % 177 daha yüksek sonuçlar elde edildiğini ifade etmişlerdir. Yerinde büyütülmüş grafenin matristeki kuvvetlendirici etkisi, yük aktarımı ve dislokasyon artışına katkıda bulunduğunu söylemişlerdir. Grafen/Cu-1 kompozit ile karşılaştırıldığında grafen içeriği arttıkça verim kuvveti ve gerilme artar demişlerdir. Bununla birlikte, grafen/Cu-3 mekanik özelliklerinin oldukça düşük bir seviyede olduğunu Şekil 4.11' den de görmüşlerdir. Sonuç olarak, bakır matris içine düzgün şekilde dağıtılmış yapısal olarak bozulmamış grafene sahip grafen takviyeli bakır kompoziti, in situ tekniği ve vakumlu sıcak

presleme ile başarıyla üretilmişlerdir. Bu yöntemle üretilen kompozitler, grafenin mükemmel modülü ve yüksek mukavemetli arayüzü nedeniyle bakır matris içinde in situ tekniğiyle büyütülmüş grafenle güçlendirilebileceğine kanaat getirmişlerdir [39].

Tablo 4.5. Saf bakır ve farklı grafen bakır kompozitlerinin mekanik özellikleri [39].

Malzemeler	Grafen içeriği (ağırlıkça %)	Sertlik	Akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)
Saf Cu	0	123	52	215
Grafen/Cu-1	0.4	131	103	251
Grafen/Cu-2	0.95	143	144	274
Grafen/Cu-3	-	135	98	238



Şekil 4.11. Saf bakır ve farklı grafen bakır kompozitlerinin gerilme-şekil değiştirme eğrileri [39].

4.3. Titanyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler

Son yıllarda titanyum esaslı kompozitlere yönelik yeni eğilimler olmuştur. Titanyum ve alaşımlarına karbon (C) esaslı malzeme takviyesiyle kompozit üretimi üzerine çalışmalar yapılmıştır. Cao ve arkadaşları, bulk titanyum matrise grafen nanotabaka (GNP) ilave ederek toz metalurjisi yöntemiyle kompozit elde etmişlerdir. Titanyum matrisli kompozitlerin mikroyapısını ve mekanik özelliklerini çeşitli testler yardımıyla araştırmışlardır. Kompozitleri 700 °C' de 150 MPa basınç altında sıcak izostatik presleme (HIP) yöntemini kullanarak ve ardından 970 °C' de 3' lük bir dövme oranıyla izotermal dövme yoluyla sağlamlaştırmışlardır. Mikroyapı incelemelerinde, titanyum ve grafen belirli sıcaklıktan (970 °C) sonra kompozitte TiC yapıları oluşturmuş ve TiC parçacıklarında grafenin homojen dağılımını görmüşlerdir. Bununla birlikte titanyum ile grafen arasındaki arayüzey bağına güçlendirebildiğini bulmuşlardır. Takviyesiz titanyum matris ile karşılaştırdıklarında, ağırlıkça % 0.5 GNP takviyeli kompozitin, sünekliğini kaybetmeden önemli

ölçüde geliştirilmiş mukavemet sergilediğini bulmuşlar. GNP' lerin aslında titanyum matrisli kompozitlerde süper takviye olarak görev yapabileceğini ifade etmişlerdir. Tablo 4.6' ya bakıldığında ağırlıkça % 0.5 GNP içeren titanyum grafen nanotabaka kompozisyonunun elastik modülü 125 GPa, çekme mukavemeti 1058 MPa ve akma dayanımı 1021 MPa olup saf titanyum matrisinkinden sırasıyla % 14.6, % 12.3 ve % 20.1 daha yüksek değerler elde etmişlerdir. Sonuç olarak, GNP' lerin titanyum matrisinde oldukça etkili bir takviye olduğunu açıkça söylemişlerdir. Süneklik durumunda, titanyum grafen nanotabaka kompozitinin toplam uzaması, titanyum matrisinkine kıyasla % 9.3' tür. Sert takviyelerin titanyuma dahil edilmesi, titanyum matrisli kompozitlerin karşı karşıya kaldığı süneklik kaybıyla birlikte çekme mukavemetini ve sertliğini artırır demişlerdir. Bununla birlikte bu çalışmada, titanyum grafen nanotabaka kompozitinin sünekliği hemen hemen değişmeden kalırken mukavemette önemli bir iyileşme sağlanmıştır. Bunun olası açıklamasını, titanyum matrisindeki iyi dağıtılmış GNP' lerin süper yüksek mukavemetli ve belirgin olarak yüksek spesifik alana sahip olmalarıdır [40].

Tablo 4.6. Saf titanyum ve grafen nanotabaka takviyeli titanyum matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri [40].

Numuneler	Elastisite modülü (GPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Akma dayanımı (MPa)	Toplam uzama (%)
Ti	109±1	942±3	850±5	9.4±0.3
Ti+ağırlıkça % 0.5 GNFs	125±2	1058±3	1021±2	9.3±0.3

Song ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, saf titanyum (Ti) metal matrise çok tabakalı grafen (MLG) katkılanarak kompozit oluşturmuşlardır. Mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Spark plazma sinterleme (SPS) yöntemi kullanılarak sentezlenen çok katmanlı grafen takviyeli titanyum esaslı metal matris kompozitlerinin mikroskopik mekanik özelliklerini araştırmak için çeşitli testler uygulamışlardır. Tablo 4.7' de görüldüğü gibi çok tabakalı grafen katılarak üretilmiş kompozitin elastik modülü, sertliği, akma dayanımı gibi özelliklerinde artış gözlemlenmiştir. Fakat maksimum artış ağırlıkça % 0.5 çok katmanlı grafen ile katılanmış kompozitte elde edildiği görülmüştür. Ti örneğine kıyasla, ağırlıkça % 0.5 çok katmanlı grafen ve titanyum bileşiğinin elastik modülü ve sertliğinde sırasıyla ~ % 6.4 ve ~ % 71.4 oranlarında iyileştirmeler sergilemiştir. Bu araştırmada sinterlenmiş çok katmanlı grafen takviyeli titanyum metal matrisli kompozitlerin daha yüksek sertlik ile elastik modülünü yazarlar; spark plazma sinterleme ve toz karıştırma işlemi sırasında oluşan titanyum karbür ve titanyum oksitlerin varlığına bağlamışlardır. Ağırlıkça % 1.5 MLG katkısının, kompozitlerde hem sertlik hem de elastik modülde hafif bir azalmaya yol açtığı görülmüştür [41].

Tablo 4.7. Titanyum ve çok tabakalı grafen takviyeli titanyumun mekanik özellikleri [41].

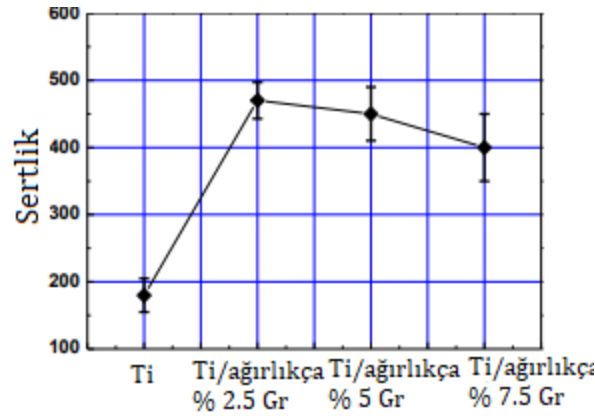
Numuneler	Elastik modül (GPa)	Sertlik (GPa)	Akma dayanımı (MPa)	Kayma dayanımı (GPa)	Çizilme direnci (GPa)
Ti	248.37±7.38	8.98±0.38	473±37.53	0.108±0.1	21.46±2.0
Ağırlıkça % 0.5 MLGs/Ti	264.25±8.51	15.39±0.51	918±87.67	0.467±0.2	24.12±3.2
Ağırlıkça % 1.5 MLGs/Ti	255.67±3.33	14.54±0.39	800±56.82	0.330±0.2	22.39±4.1

Zhang ve arkadaşları ise titanyum matrise düşük içerikli grafen nanotabaka ilave etmiş ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Düşük içerikli grafen nanotabakaların yönlü dağılımı ile grafen titanyum metal matrisli kompozitleri imal etmek için toz metalurjisi ve daha sonra sıcak haddeleme tekniklerini kullanmışlardır. Spark plazma sinterleme tekniği süresince düşük sıcaklık ve yüksek sıkıştırma basıncı iyi korunmuştur. Aynı zamanda sıcak haddeleme grafen nanotabakalarını iyi dağıtmış ve matris ile iyi bir kombinasyon oluşturmuştur. Tablo 4.8' de görüldüğü üzere grafen nanotabakaların takviye edilmesiyle akma dayanımı ve çekme mukavemetinde artış olduğu ve tane boyutunda küçülme meydana geldiği gözlemlenmiştir. Özellikle % 0.1 oranında grafen nanotabaka ilavesinde, kompozit 887 MPa'lık maksimum çekme mukavemeti ve 817 MPa'lık akma dayanımı göstermiştir. Grafen nanotabakalı titanyum matris bileşiklerinin mikroyapısını ve özelliklerini geliştirmek için uygulanan sıcak haddeleme işleminde mikroyapı ve yapı gelişimi kompozitler ve saf titanyum arasında farklıdır. Grafen nanotabakaların sıcak haddeleme esnasında hcp kristal yönelimini ve tane rotasyonunu ciddi olarak değiştirdiğini söylemişlerdir. Aynı zamanda matris içine GNP'ler eklendiğinde küçülen tanecik boyutlarını da bulmuşlardır. Bu yazıda, üstün taşıma kapasitesi ve titanyum matrisini güçlendirme özelliği nedeniyle, titanyum metal matrislere iki boyutlu, nano katmanlı bir karbon takviyesi olan GNP'lerin avantajları vurgulanmıştır. Süper yüksek güçlendirme verimi sağlanmıştır [42].

Tablo 4.8. Grafen titanyum kompozitlerinin tane boyutu ve çekme özellikleri [42].

GNPs (ağırlıkça %)	GNPs (hacimce %)	Akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Uzama (%)
0	0	520	575	30
0.025	0.05	603	716	25
0.05	0.112	657	784	20
0.1	0.225	817	887	10

Hu ve arkadaşları çalışmalarında lazerle sinterlenmiş grafen (Gr) takviye edilmiş titanyum (Ti) matrisli nanokompozitleri incelemişlerdir. Grafen takviyeli titanyum nanokompozitlerinde lazer sinterleme yoluyla, grafen tabakaları titanyum grafen nanokompozitlerini oluşturmak üzere titanyum matrisine homojen olarak dağıtılmıştır. Lazer sinterleme işlemi sırasında, grafen sıvı titanyum içerisine karıştırılmıştır. Sinterleme sonrasında yapıda kaldığı görülmüştür. Temel yapısal bir değişim olmamasına rağmen kusurlarının arttığı tespit edilmiştir. Lazer sinterlemenin neden olduğu, grafenin esas özelliklerini düşüren kusurları; titanyum matrisindeki grafenin dağılımı ve tek katmanlı grafen ile çok tabakalı grafen arasındaki esas özelliklerin farkından dolayı olduğunu açıklamışlardır. Şekil 4.12’ de görülen ağırlıkça % 2.5, % 5 ve % 7.5’ luk grafen ilaveleri aynı koşullar altında yapılmıştır. Lazer ile sinterlenmiş titanyum grafen nanokompozitlerinin ve saf titanyumun vickers sertlik değerlerini göstermişlerdir. Grafen levhalar takviyesiyle, nanokompozitlerin sertliği 2 kattan fazla artmıştır. Ağırlıkça % 2.5 Ti-Gr (470 HV), ağırlıkça % 5 Ti-Gr (450 HV) ve ağırlıkça % 7.5 Ti-Gr (400 HV) sertlik değerlerini açıkça gösterilmiştir. En yüksek değer ağırlıkça % 2.5 grafen takviyesinde olduğunu görmüşlerdir. Saf titanyumun sertlik değeri ise 180 HV olup takviyeli kompozitin sertliğinden kat kat daha düşüktür. Grafenin ilavesi ile Ti-Gr kompozitinde sertliğin önemli ölçüde geliştiğini ve grafen içeriği arttıkça, belirli grafen içeriği değerinden sonra sertlikte azalma olduğunu gözlemlemişlerdir. Bunun nedeni olarak, grafenin bir araya toplanması olabileceğini söylemişlerdir. Sertliğin gelişmesini temel olarak grafenin mükemmel mekanik özelliklerine bağlı olduğunu ve titanyum için umut verici bir takviye malzemesi olduğunu dile getirmişlerdir [43].



Şekil 4.12. Titanyum ve titanyum grafen kompozitlerinin vickers sertliği [43].

4.4. Magnezyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler

Rashad ve arkadaşları grafen nanotabaka takviyeli magnezyum kompozitinin geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapmışlardır. Yeni bir magnezyum grafen nanotabaka bileşimini kısmi toz metalurjisi yöntemini kullanarak imal etmişlerdir. Grafen nanotabaka ilavesiyle magnezyum malzemesinde sertlik, çekme mukavemeti ve akma dayanımı davranışlarını araştırmışlardır. Magnezyum matrisine % 0.3 grafen nanotabaka ilave etmişlerdir. Karışım homojenliğini elde etmek için mekanik karıştırıcı kullanarak 90 dakika karıştırma işlemini sürdürmüşlerdir. Mekanik olarak çalkalanan karışımı süzölmüş ve kompozit toz elde etmek için 70 °C' de bütün gece vakumla kurutulmuştur. Grafen nanotabaka takviyesinin magnezyum matrisinde homojen bir şekilde dağıldığını, bu nedenle deformasyonu önlemek için etkili bir takviye dolgu maddesi olduğunu gözlemlemişlerdir. Kompozitin mekanik özellikleri Tablo 4.9' da listelenmiştir. Saf magnezyuma kıyasla, magnezyum % 0.3 grafen nanotabaka kompoziti, gelişmiş elastik modül, akma mukavemeti, en yüksek çekme mukavemeti ve vickers sertliğini sergilemiştir. Çekme mukavemetinde 219 MPa' dan 238 MPa' a kadar dayanım artmıştır. Akma dayanımına bakıldığında 187 MPa' dan 197 MPa' a kadar artış olduğu ve sertliğin ise 57.5 HV' den 68.5 HV' ye çıktığı gözlemlemiştir. Magnezyum matrisine ağırlıkça % 0.3 grafen nanotabaka eklenmesiyle elastik modülü, akma dayanımı (% 0.2), çekme mukavemeti ve vickers sertliği sırasıyla % 10.6, % 5, % 8 ve % 19.3' e kadar yükselmiştir [44].

Tablo 4.9. Saf magnezyum ve % 0.3 grafen nanotabaka takviyeli magnezyum kompozitinin mekanik özellikleri [44].

Malzemeler	Elastik modül (GPa)	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)	Sertlik (HV)
Saf Mg	13.2±0.3	187±4	219±5	3.45±0.5	57.5±2
Mg/ağırlıkça % 0.3 GNPs	14.6±0.2	197±3.1	238±6	3.11±0.4	68.5±2

Du ve arkadaşları ise grafen nanotabaka (GNP) takviyeli magnezyum matris bileşiklerinin ultra yüksek güçlendirme verimliliğini incelemişlerdir. Grafen nanotabakaları magnezyum alaşımına (ZK60' a), takviye etmişler ve etkili eriyik karıştırma ardından sıcak ekstrüzyon işlemleri ile kompoziti imal etmişlerdir. Grafen nanotabakaların eriyik karıştırma yöntemi ile magnezyum matrisinde düzgün bir şekilde dağıtılmasını sağlamışlardır. GNP' ler bütünlüğü ve homojenliği sağlamıştır. GNP takviyeli ZK60 kompozitinin takviyesiz ZK60' a kıyasla çekme mukavemetinde ve akma dayanımında artış olduğunu Şekil 4.22' de görüldüğü gibi rapor etmişlerdir. Akma dayanımında ve uzamada, % 0.05' lik bir GNP ilavesiyle sırasıyla % 62 ve % 18 oranında artış olurken, % 0.10' luk GNP ilavesiyle sırasıyla % 79 ve % 55 oranında artış olduğunu belirtmişlerdir. Aynı zamanda çekme mukavemetinde de GNP ilave edilmesiyle artış sağlandığı görülmüştür. % 0.05 GNP takviyesinin ZK60 alaşımına takviye edilmesiyle sertlikte 68 HV' den 78 HV' ye çıktığı ve % 0.10 GNP ilavesiyle sertlik değerinin 75 HV' ye düştüğü gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak alaşımın sertlik değerinin tane boyutu ile yakından ilişkili olduğunu söylemişlerdir. Son basınç dayanımının % 0.05 GNP ilavesiyle arttığı ancak % 0.10 oranında GNP takviye edilmesiyle azaldığı gözlemlenmiştir. Basınç dayanımı gücünde GNP ilavesiyle beraber artış görülmüştür. GNP' lerin ultra yüksek güçlendirme verimliliği, sadece % 0.05 oranında GNP ilavesi ile elde edilmiştir. Bununla birlikte eriyik karıştırma metodu ile matristeki GNP' lerin mükemmel dağılımını sağladıklarını belirtmişlerdir. Magnezyum matrisindeki GNP' lerin sürekli arayüzey kombinasyonu ve bütünlüğüne dayanarak, daha az sayıda GNP eklenmesiyle, daha iyi dağılım ve daha yüksek güçlendirme verimi ile sonuçlanacağını saptamışlardır [45].

Tablo 4.10. ZK60 ve grafen nanotabaka takviyeli ZK60 kompozitinin özellikleri [45].

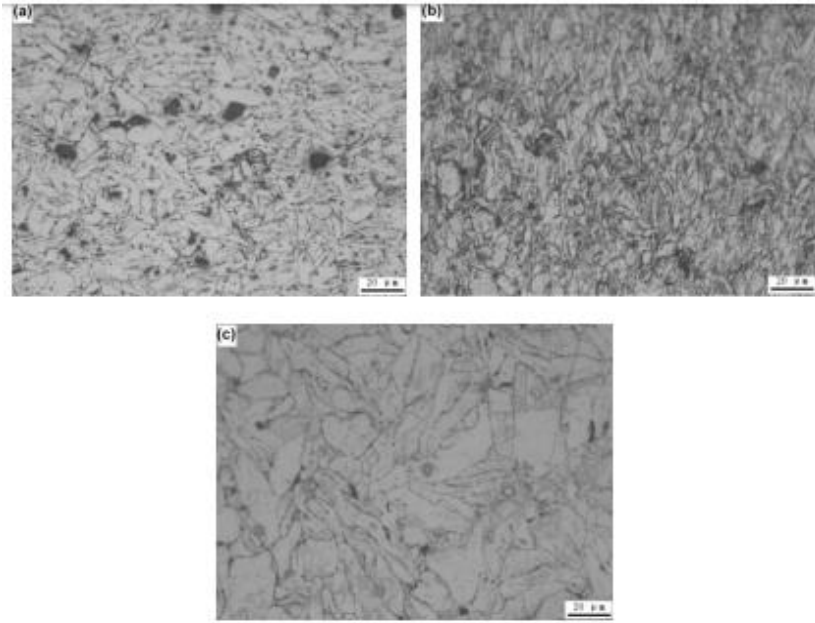
Numuneler	Çekme özellikleri			Basma özellikleri			Sertlik
	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Akma dayanımı (MPa)	Uzama (%)	Nihai basma mukavemeti (MPa)	Akma dayanımı (MPa)	Kopma uzaması (%)	HV (kg mm ⁻²)
ZK60	282±3.0	158±2.0	11±0.8	364±2.8	126±3.0	9±0.3	68±2.8
GNP(0.05)/ZK60	336±4.0	256±4.0	13±1.2	473±6.2	249±4.0	10±1.0	78±2.0
GNP(0.10)/ZK60	343±3.8	283±3.5	17±2.0	463±5.0	279±3.4	12±1.1	75±2.5

Rashad ve arkadaşları mevcut çalışmada, magnezyum matris kompozitlere grafen nanotabaka takviyesi konusunu ele almışlardır. Bu çalışmanın amacı, oda sıcaklığında mekanik özellikleri arttırmak için grafen nanotabaka (GNP) kullanarak toz metalurjisi işlemi ile magnezyum takviyeli metal matris kompozitleri üretmektir. Tablo 4.11' de görüldüğü gibi ağırlıkça % 0.09, % 0.18 ve % 0.30 GNP takviye edilen magnezyum metal matris kompozitleri toz metalurjisi yöntemi ile başarıyla hazırlamışlardır. Saf magnezyumla karşılaştırıldığında, kompozitler arttırılmış mekaniksel özellikler sergilemiştir. Saf magnezyuma ağırlıkça % 0.30 GNP (ağırlıkça % 1 Al ile birlikte) eklenmesi, young modülünde, akma dayanımında ve kopma uzamasında sırasıyla % 131, % 49.5 ve % 74.2 iyileşme sağlamıştır. Alüminyum GNP parçacıklarının saf magnezyuma eklenmesinin sertlik değerlerini önemli ölçüde geliştirdiğini gözlemlemişlerdir. Mg-1Al-0.3GNP kompozisyonu maksimum sertlik değerini % 0.30 GNP takviyesiyle 55 HV olarak sergilemiştir. Kompozitlerin artan sertlik değerlerini sert GNP takviyelerinin varlığına bağlamışlardır. Aynı zamanda Tablo 4.11' e bakıldığında çekme mukavemetinde GNP ilavesiyle birlikte artış olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca sentezlenen kompozitlerin mekanik özelliklerini daha önce yapılmış olan magnezyum karbon nanotüp (CNT) kompozitleri ile karşılaştırmışlardır. GNP' lerin ve CNT' lerin benzer moleküler yapıya sahip olmalarına karşın, GNP' lerin CNT' lere kıyasla magnezyum matrisinin kuvvetini arttırmak için yüksek potansiyel özelliklere sahip olduğunu ortaya koymuşlardır. Birim hacim başına yüksek spesifik yüzey alanı nedeniyle GNP' lerin CNT' lerden daha iyi performans sergilediğini rapor etmişlerdir [46].

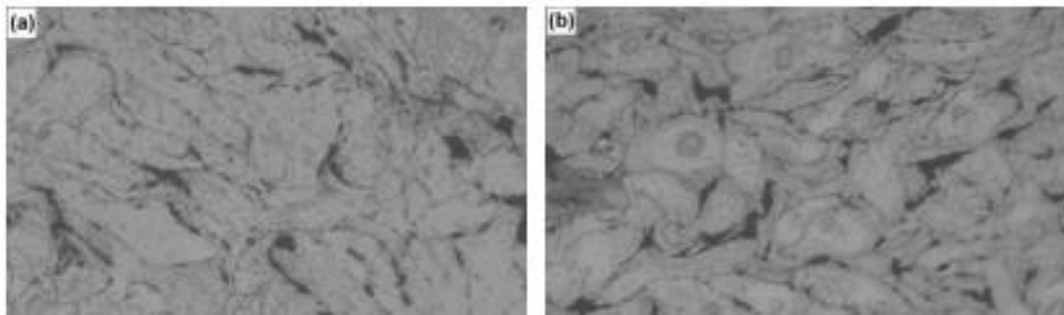
Tablo 4.11. Saf magnezyum ve kompozitin mekaniksel özellikleri [46].

Materyal	Sertlik (HV)	Young modülü (GPa)	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme dayanımı (MPa)	Kopma uzaması (%)
Mg	41±3.5	05±98	119±5	186±6	9.7±3
Mg-1Al-0.09GNP	48±2.9	13.40	148±3	206±4	10.5±3.4
Mg-1Al-0.18GNP	51±3	12.18	162±4.1	223±5	15.2±2
Mg-1Al-0.30GNP	55±4	13.84	178±2.9	246±3.5	16.9±3

Du ve arkadaşları grafen nanotabaka ilaveli magnezyum matris kompozitlerinin hazırlanması ve karakterizasyonu konusunu incelemişlerdir. Grafen magnezyum kompozit malzemelerini (Mg-Gr) toz metalurjisi ve haddeleme yöntemlerinin kombinasyonu ile hazırlamışlardır. Grafen nanotabaka içeriğinin sinterleme sıcaklığı ve bilyalı öğütme süresinin kompozitlerin mikroyapıları üzerindeki etkilerini araştırmışlardır. Şekil 4.13 ve 4.14' te görüldüğü gibi, bilyalı öğütme süresinin arttırılmasıyla birlikte grafen nanotabakaların magnezyum matrisinde düzgün dağılım gösterdiği gözlemlenmiştir. Grafen içeriği ağırlıkça % 0.5' den ağırlıkça % 2.5' a arttığı zaman düzgün dağılım elde edilmiştir. Ve ağırlıkça % 2.5' a kadar grafen nanotabaka içerikleri için sinterlenmiş ve haddelenmiş kompozitlerde belirgin bir grafen yığılması gözlemlenmemişlerdir. Çok tabakalı grafen nanotabaka eşgüdümlü deformasyonu, haddeleme esnasında yüzey tanelerinin deformasyonu ile ortaya çıkmaktadır. Bu da grafen nano tabakalarının sayısında belirgin bir azalmaya neden olabilmektedir.



Şekil 4.13. Grafen içeriği % 0.5, a) 2h, b) 4h ve c) 6h bilyalı öğütme sürelerine sahip kompozitlerin mikroyapıları [47].

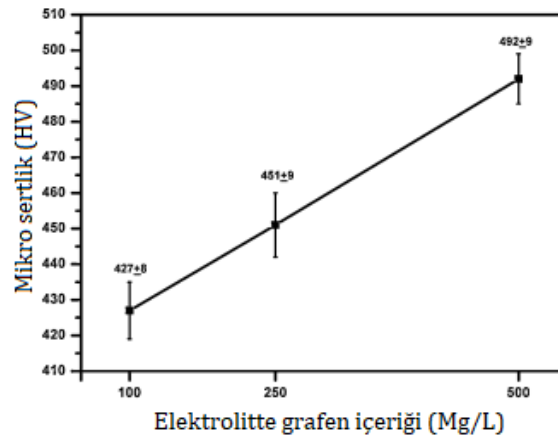


Şekil 4.14. 6 saatlik bilyalı öğütme süresi için farklı grafen içeriğine sahip kompozitlerin mikroyapıları, a) ağırlıkça % 1.5, b) ağırlıkça % 2.5 [47].

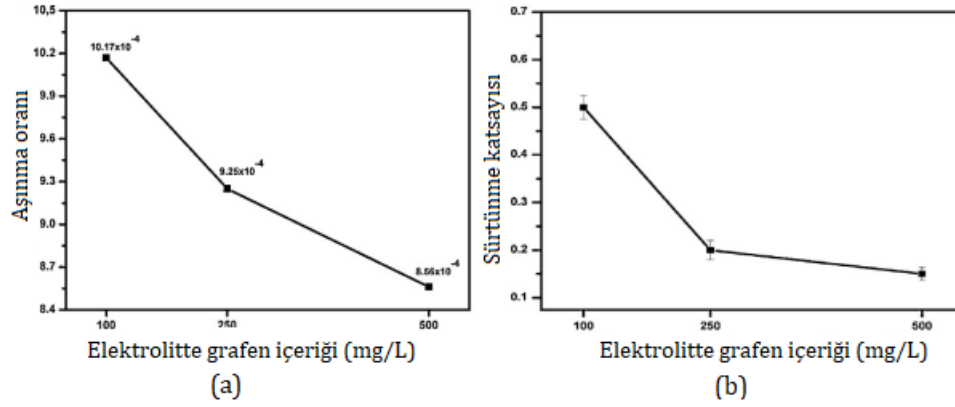
Şekil 4.13' te, siyah şeritlerin grafen nanotabaka olduğunu söylemişlerdir. İncelemelere göre bilyalı öğütme süresinin ağırlıkça % 0.5 grafen içeriğine sahip sinterlenmiş bileşiğin mikroyapıları üzerindeki etkisi gösterilmiştir. Magnezyum tane sınırlarındaki grafen nanotabakalarının, bilyalı öğütme süresinin artmasıyla kademeli olarak üniform olarak dağılma eğiliminde olduklarını gözlemlemişlerdir. Grafen nanotabaka kümelerinin, ağırlıkça % 0.5 grafen içeriği için bilyalı öğütme sırasında 6 saatin ötesinde görülemez olduğunu fark etmişlerdir. Bu bilyalı öğütme kısa süreli öğütme süresinin (6 saat) magnezyum matrisindeki grafenin mükemmel dağılımını göstermiştir. Bununla birlikte, grafen nanotabaka topağının, Şekil 4.14 a ve b' de gösterildiği gibi, sırasıyla ağırlıkça % 1.5 ve % 2.5 için, bilyalı öğütme sırasında 6 saatte görüldüğünü söylemişlerdir. Magnezyum matrisindeki daha yüksek oranlarda grafen nanotabaka dağılımını iyileştirmek amacıyla daha uzun öğütme sürelerinin gerekli olduğunu belirtmişlerdir [47].

4.5. Nikel Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler

Algul ve arkadaşları grafen içeriğinin ve kayma hızının nikel grafen nanokompozitlerin aşınma mekanizmasına etkisini incelemişlerdir. Nikel grafen metal matris kompozit kaplamaları, Watt tipi elektrolitten pulse akım tekniği ile imal etmişlerdir. Elektrolit içerisindeki grafen konsantrasyonunun, nanokompozit kaplamaların mikro sertlik ve tribolojik özelliklerine etkisini belirlemişlerdir. Kompozit kaplamanın mikro sertlik derecesini bir vickers mikro sertlik indentörü kullanarak ölçmüşlerdir. Şekil 4.15' te görüldüğü üzere mikro sertlikte artış olduğu gözlemlenmiştir. Ni grafen kompozitinin mikro sertlik değerleri, grafen levhalarının benzersiz mekanik özelliklerinden dolayı 492 HV' ye kadar çıkmıştır. Bu artış, kristal güçlendirme mekanizmasını üreten tane boyutu azalmasına işaret etmektedir. Ni (111) düzlemindeki yoğunluğun azalması, daha düşük tanecik boyutuna sahip grafen takviyeli nikel matris kaplamaların polikristal yapısına yol açmaktadır. Bu da Ni matrisinin sertliğini daha da artırmaktadır. Nikel matrisinin tribolojik özelliklerinin, elektrolit içindeki grafen içeriği arttıkça önemli ölçüde iyileştiğini dile getirmişlerdir. Şekil 4.16' da olduğu gibi grafen içeriğinin artmasıyla aşınma hızı ve sürtünme katsayısının azaldığını görmüşlerdir. Bu çalışmada yazarlar, elektrolit içindeki 500 mg/L' ye kadar grafenin, nikel matrisinde üstün yük taşıma ve kayganlık sağladığını rapor etmişlerdir. Aynı zamanda Ni grafen kompozitlerinin, ağır yük ve yüksek kayma hızı koşullarına maruz bırakılan mikro cihaz kaplama uygulamaları için mükemmel adaylar olarak değerlendirilmiştir [48].



Şekil 4.15. Elektrolit içinde farklı grafen içeriği ile üretilen nikel-grafen kompozit kaplamaların mikro sertlik değerleri [48].



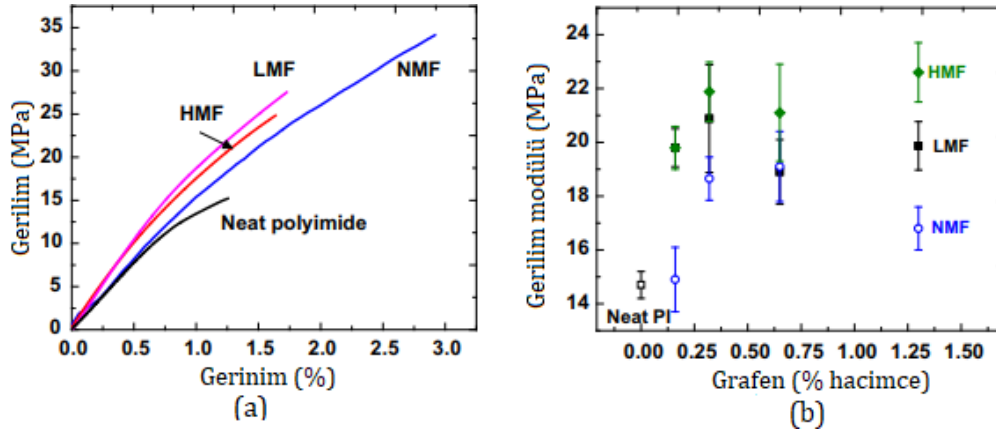
Şekil 4.16. Elektrolit içerisindeki grafen içeriğinin Ni grafen kompozit kaplamaların a) aşınma hızı, b) sürtünme katsayısına etkisi [48].

Fu ve arkadaşları yapmış olduğu çalışmada grafen nikel (Ni) kompozit malzemelerin imal etmiş ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Ni nanopartiküller ile sıkıca bağlanmış üç boyutlu grafen ağlarının (3D GNs' lerin) sentezini içeren, grafenle takviye edilmiş nikel matrisli kompozitlerinin üretimi için yeni bir yaklaşım geliştirmişlerdir. Yüksek sıcaklıktaki kimyasal buhar biriktirme işleminden sonra Ni tozlarının Ni@GNs' lerin çevresi bir emdirme azaltma işlemi ile homojen olarak kaplanmıştır. Son işlem olarak Ni@GNs/Ni kompozitlerine spark plazma sinterleme işlemini uygulamışlardır. Yoğun GNs/Ni kompozitlerini elde etmişlerdir. Dengeli süneklik ile birlikte mükemmel verim ve gerilme mukavemeti sergilediklerini görmüşlerdir. Dahası, GNs/Ni yığın kompozitlerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerinin analizi ile, Ni matris kompozitlerindeki GNs' lerin güçlendirme mekanizmasını aydınlatmışlardır. GNs' ler ve Ni matrisi arasında kuvvetli arayüzey bağlanma olduğunu gözlemlemişlerdir. Elektron geri yansıyan kırınım, tarama ve transmisyon elektron mikroskopisi ile tanımlanan Ni@GNs kompozitlerindeki önemli homojen dağılım nedeniyle, kompozitlerin çok daha gelişmiş mekanik özellikler sergilediğini dile getirmişlerdir. Tablo 4.12' de görüldüğü üzere % 1.0 Ni@GNs/Ni kompozitinde, % 0.5 Ni@GNs/Ni kompoziti ile saf nikel göre daha iyi sonuçlar bulunmuştur. 474 MPa' lık bir akma mukavemeti ve 546 MPa' lık çekme mukavemeti olduğu görülmüştür. Sırasıyla % 188.4' lük ve % 26.0' lık artış olduğu saptanmıştır. Aynı zamanda GNs ilavesiyle birlikte % uzamada azalma ve bağıl yoğunlukta artış olduğu gözlemlenmiştir [49].

Tablo 4.12. Saf Ni ve aynı işlemler tarafından üretilen % 0.5 ve % 1.0 hacimli GNs/Ni kompozitlerin mekanik özellikleri [49].

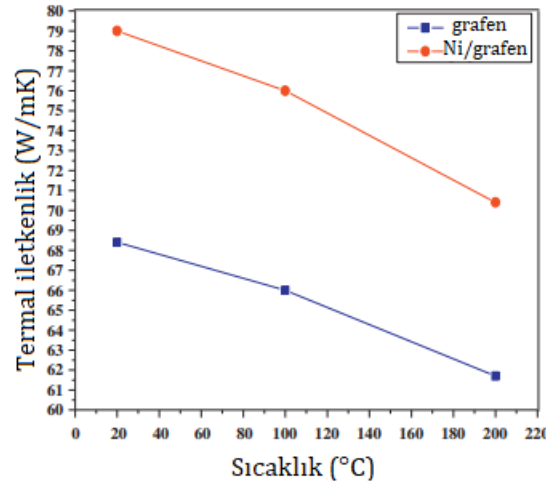
Numuneler	Bağıl yoğunluk (%)	Akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Uzama (%)
Saf Ni	96.7±0.2	164±9	433±12	36.7±3.8
0.5Ni@GNs/Ni	97.1±0.1	344±14	487±12	35.4±6.6
1.0Ni@GNs/Ni	98.6±0.2	474±13	546±10	25.5±4.3

Yoonessi ve arkadaşları ise manyetik alan kullanarak nikel bağlanmış grafen poliimid nanokompozitlerin elektriksel ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Farklı oryantasyon derecelerine sahip yönlendirilmiş hibrit nikel bağlanmış grafen poliimid reçine nanokompozitlerini, in situ manyetik alan çözücü döküm yöntemi ile hazırlamışlardır. Şekil 4.17 a' da görüldüğü gibi saf poliimidi, hacimce % 0.16 NMF (manyetik alan yok), % 0.16 LMF (düşük manyetik alan) ve % 0.16 HMF (yüksek manyetik alan) nikel grafen poliimid nanokompozitlerin gerilme gerinme verileriyle karşılaştırmışlardır. Mevcut çalışmanın yazarları grafen ilavesi, LMF ve HMF nikel grafen poliimid nanokompozitleri için modülün daha fazla artmasına neden olmuştur yorumunu yapmıştır. Hacimce % 0.16-NMF, % 0.16-LMF ve % 0.16-HMF nikel grafen nanokompozitlerin çekme mukavemeti sırasıyla 34.2, 27.5 ve 24.8 olduğunu söylemişlerdir. Şekil 4.17' nin b' sinde ise saf poliimid reçine matrisinin gerilme modülünün manyetik alanı olmayan, düşük manyetik alan ve yüksek manyetik alan içinde hazırlanan hacimce % 0.16, % 0.32, % 0.65 ve % 1.3 grafen içerikli nikel grafen poliimid nanokompozitleri serisi ile karşılaştırmışlardır. İncelemelerine göre tüm nanokompozitlerin gerilme modüllerinin, takviye etkilerinden dolayı saf poliimid reçinesinden daha yüksek olduğunu saptamışlardır. NMF % 1.3 Ni-grafen poliimid nanokompozitlerin gerilme modülü 16.8 MPa idi. Saf poliimid ile karşılaştırıldığında grafen takviye etkileri nedeniyle % 14.3' lük bir artış olduğunu söylemişler. LMF % 1.3 ve HMF % 1.3 Ni-grafen poliimid nanokompozitlerin gerilme modüllerinin sırasıyla 19.8 ve 22.6 MPa olduğunu belirtmişlerdir. Bu değerlerin, saf poliimid reçinesine kıyasla modülde sırasıyla % 35 ve % 54 artış yaptığını hesaplamışlardır. Bir LMF veya HMF içine dökülen tüm nanokompozitlerin gerilme modülü başlangıçta hacimce % 0.16 Ni-grafenin poliimid' e eklenmesiyle artmıştır . Hacimce % 1.3 Ni-grafen poliimid nanokompozitin modülü, manyetik alan uygulaması ile artmıştır. Modüldeki artış nedeni, grafen nanotabalar ve istiflerinin düzlem yönünde hizalanmasından kaynaklandığı şeklinde yapılmıştır [50].



Şekil 4.17. a) Saf poliimidin ve hazırlanan hacimce % 0.16 nikel grafen poliimid nanokompozitlerin gerilme şekil değiştirme eğrileri, b) Saf poliimidin çekme mukavemeti ile karşılaştırıldığında hacimce % 0.16, % 0.32, % 0.65 ve % 1.3 grafen içerikli nikel grafen poliimid nanokompozitleri, NMF (manyetik alan yok), LMF (düşük manyetik alan) ve HMF (yüksek manyetik alan) [50].

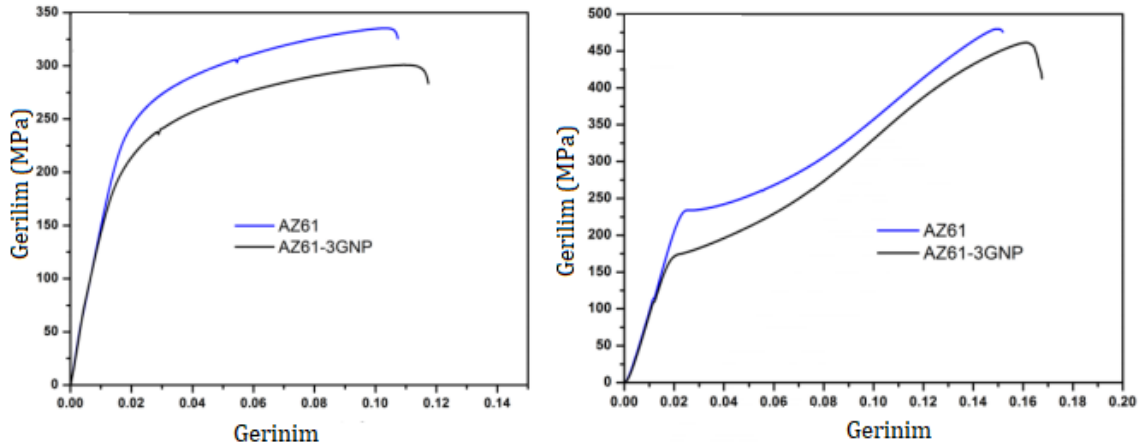
Kuang ve arkadaşları grafen nikel (Ni) kompozitlerini araştırmışlardır. Grafen/nikel kompozitlerini, süspansiyon halinde grafen oksit (GO) tabakaları olan bir nikel sülfamat çözeltisi içinde elektroforez ile hazırlamışlardır. Ni esaslı grafen kompozitleri, GO katmanlarının ve Ni^{+2} iyonlarının, bu materyalde ağırlıkça % 0.12 grafen ile elektrokimyasal redüksiyonla başarıyla üretmişlerdir. Raman spektrumlarının, elektroliz işlemi sırasında GO tabakaları indirgenmiştir. Grafen içeriğinin ağırlıkça % 0.12 olduğu gösterilmiştir. Bu yeni kompozitlerin ısı iletkenliği incelenmiştir. Bunları ölçmek için lazer flaş yöntemini kullanmışlardır. Şekil 4.18' de görüldüğü üzere, elektroforeze tabi tutulan Ni kaplama ve grafen/Ni kompozitlerinin 20 °C' den 200 °C' ye sıcaklığındaki termal iletkenliklerini göstermişlerdir. Isı iletkenliklerinin her ikisinin de sıcaklık artışı ile indiği gözlemlenmiştir. Şekil 4.18' deki iki çizgi karşılaştırdıklarında, kompozit yapının elektrolitik Ni' ye göre daha yüksek termal iletkenliğe sahip olduğu bulunmuştur. Kompozit malzemenin 200 °C' de sıcaklık iletkenliği 70.4 W/mK, 20 °C' de 68.4 W/mK olduğundan, elektrolitik Ni' den bile daha yüksektir yorumu yapılmıştır. Sonuç olarak, bu malzemenin ısı iletkenliğinin, saf Ni elektropozitlerinden % 15 daha fazla iyileştiğini rapor etmişlerdir. Kompozitlerin sertlik değeri için, saf elektrolitik Ni' ninkinden yaklaşık 4 kat daha yüksek olduğunu söylemişlerdir. Yapılan tüm çalışmalarda, indirgenmiş grafen levhaların kompozit filmlerde Ni büyümesinin tercih edilen yönlendirmesini önemli derecede etkilediğini ve kompozitlerin özelliklerini geliştirdiğini vurgulamışlardır [51].



Şekil 4.18. Elektrolitik Ni kaplama ve grafen/Ni kompozitlerinin ısı iletkenlikleri [51].

4.6. Diğer Metal Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitler

Rashad ve arkadaşları AZ61 magnezyum alaşımının grafen nanotabaka (GNP) ilavesiyle yüksek sıcaklıktaki mekanik davranışlarını incelemişlerdir. Mevcut çalışmada, ağırlıkça % 3 grafen nanotabaka ilave edilmiş AZ61 magnezyum alaşımını parçalanmış eriyik çöktürme yöntemi ile sentezlemişlerdir. Sentezlenen malzemeler, 430 °C' de 24 saat homojenize edilmiştir. 350 °C' de farklı oranlarda haddeleme işlemini yapmışlardır. Ekstrüzyon yapılmış ve homojenize edilmiş malzemelerin mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri karakterize edilmiştir. Sonuçlarında parçalanmış eriyik çöktürme tekniğinin, AZ61-GNP bileşiğinde takviye parçacıklarının düzgün dağılımının sağlanması için uygun bir yöntem olduğunu bulmuşlardır. Sentezlenen malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonunda, AZ61 alaşım matrisine GNP eklenmesiyle, takviye ile matris arasında oluşan $Mg_{17}Al_{12}$ intermetalik fazlarının çözünmesine yardımcı olduğunu bulmuşlardır. Malzemelerin oda sıcaklığında mekanik olarak karakterizasyonu, mikro sertlik, gerilme ve akma dayanımlarında GNP ilavesi ile önemli bir artış olduğunu ortaya koymuşlardır. Bu nedenle, GNP magnezyum alaşımlarının mekanik özelliklerini geliştirmek için yüksek bir potansiyele sahip olduğu yorumu yapılmıştır. Kompozitin artan mekanik özelliklerinin; tane inceltmesi, GNP'nin düzgün dağılımı sayesinde olduğunu söylemişlerdir. Şekil 4.19 a' da, AZ61 alaşımı ve AZ61-3GNP kompozitinin gerilim-gerinim eğrisini göstermişlerdir. Karbonun akma dayanımı ve maksimum çekme mukavemeti, monolitik alaşımla karşılaştırıldığında sırasıyla % 26 (184 ile 232 MPa) ve % 11.7 (300 ile 335 MPa) arttığını dile getirmişlerdir. AZ61 alaşımının ve kompozitinin gerilme-gerinim eğrileri Şekil 4.19 b' de gösterilmiştir. Basınçlı akma dayanımı ve çekme mukavemetinde hafif bir azalma ile sırasıyla 170 ile 226 MPa (% 32.9 artış) ve 461 ile 480 MPa (% 4.12 artış) arasında olduğunu gözlemlemişlerdir. Aynı zamanda ağırlıkça % 3 GNP' li kompozitin vickers sertliğinin saf AZ61 alaşımına göre yaklaşık % 15.5 daha yüksek olduğunu saptamışlardır [52].



Şekil 4.19. a) AZ61 alaşımı ve kompozitin basma mukavemeti, b) AZ61 alaşımı ve kompozitin gerilim gerinim eğrileri [52].

Rashad ve arkadaşlarının yapmış olduğu başka bir çalışma ise düşük grafen nanotabaka (GNP) içerikli Mg-% 1Al-% 1Sn alaşımının mekaniksel özelliklerini incelemişlerdir. Mg-% 1Al-% 1Sn alaşımına % 0.18 grafen nanotabaka (GNP) ilavesiyle oluşan kompoziti, sıcak ekstrüzyon ve sonrasında kısmi toz metalurjisi yöntemi ile başarıyla imal etmişlerdir. Sentezlenen bileşiğin, mekaniksel özelliklerinde belirgin bir iyileşme görmüşlerdir. Bu gelişmeyi, termal genleşme katsayısı ve elastik modüldeki uyumsuzluk nedeniyle oluşan dislokasyonlara bağlamışlardır. Mikroskobik gözlem sonucunda, GNP' lerin matristeki üniform dağılımını ortaya koymuşlardır. Ağırlıkça % 0.18 GNP' nin Mg-% 1Al-% 1Sn alaşımına ilavesiyle, çekme mukavemetinde ve akma dayanımında artış olduğunu gözlemlemişlerdir. Bileşik mukavemetindeki artış nedeni, yüksek özgül yüzey alanı, üstün nano dolgu maddesinin yapışması ve GNP' lerin iki boyutlu yapısından kaynaklanmaktadır. Tablo 4.13' te olduğu gibi Mg-1Al-1Sn alaşımı ve Mg-1Al-1Sn-0.18 GNPs kompozitinin mekaniksel özelliklerini listelemişlerdir. % 0.2' lik bir akma dayanımında 161 MPa' dan GNP ilavesi sonucunda 208 MPa' a artış olduğunu ve % 29.2 iyileşme sağlandığını söylemişlerdir. Çekme mukavemetinin ise 236 MPa' dan % 0.18 GNP ilavesiyle 269 MPa' a çıkmış olduğunu ve % 14' lük iyileşme sağlandığını dile getirmişlerdir. Bununla birlikte GNP' lerin eklenmesiyle sünekliliğin olumsuz yönde etkilenmiş olduğunu ve % 16.7' den % 10.9' a düşüş olduğunu saptamışlardır. Bunun nedenini GNP' lerin kümelenmesine bağlamışlardır [53].

Tablo 4.13. Oda sıcaklığındaki mekanik özellikler [53].

Malzemeler	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)
Mg-1Al-1Sn	161±04	236±5.1	16.7±03
Mg-1Al-1Sn-0.18GNPs	208±5.3	269±03	10.9±3.4

Rashad ve arkadaşları grafen nanotabakalarla (GNPs) takviye edilmiş Mg-6Zn alaşımının mekanik davranışlarını keşfetmişlerdir. Grafen ve türevlerinin, mekanik özelliklerinin yüksek olması nedeniyle takviye maddeleri olarak yaygın şekilde kullanıldığını belirtmişlerdir. Mevcut çalışmada, parçalanmış eriyik çöktürme yöntemini kullanarak grafen nanotabaka (GNP) takviyeli Mg-6Zn alaşımının sentezine yönelik başarılı bir girişim yapmışlardır. GNP' lerin alaşımın mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri üzerine olan etkilerini araştırmışlardır. Kompozit matris boyunca GNP' lerin üniform dağılımını ortaya koymuşlardır. Mukavemet ölçümlerinin sonuçlarında, GNP' lerin ilavesinin, mikro sertlik, gerilme ve sıkıştırma mukavemetlerinde artışa neden olduğunu söylemişlerdir. Dahası sentezlenmiş kompozitler ve Mg-6Zn-CNT kompozitleri karşılaştırılırsa, GNP' ler CNT' lerden 4-6 kat daha ucuz olduğu için, GNP' ler daha çok tercih edilmektedir. Tablo 4.14' e bakıldığında, akma dayanımında GNP' lerin eklenmesiyle artış olduğu görülmüştür. Mg-6Zn-1.5GNP kompozitinin, saf Mg-6Zn alaşımına kıyasla akma dayanımında % 34.5 iyileşme gösterdiğini rapor etmişlerdir. Çekme dayanımında ve süneklikte bariz bir artış olduğu gözlemlenmiştir. Süneklikte % 23.5 artış olduğunu söylemişlerdir. Ancak sıkıştırma testlerinin sonuçlarının farklı eğilim gösterdiğini vurgulamışlardır. GNP' nin ilavesiyle kopma uzamasında azalma olduğu görülmüştür. Yine akma dayanımı ve çekme mukavetinde GNP artışıyla doğru orantılı olarak bir artış söz konusu olmuştur. Kompozitlerin artan mekanik özelliklerinin, tane inceliği, takviye parçacıklarının düzgün dağılımı, temel dokudaki değişiklikler ve temel güçlendirme mekanizmalarından kaynaklandığını rapor etmişlerdir [54].

Tablo 4.14. Ekstrüde edilmiş Mg-6Zn alaşımı ve kompozitlerinin oda sıcaklığındaki mekanik özellikleri [54].

Malzemeler	Çekme özellikleri			Basma özellikleri		
	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai basma mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)
Mg-6Zn	159±5	276±7.0	17±1.5	109±4.5	426±6.1	21±1.7
Mg-6Zn-0.5GNP	171±4	295±3.5	18±1.9	131±5.1	435±5.4	20±2.0
Mg-6Zn-1.5GNP	214±2	313±5.2	21±1.1	171±2.4	448±4.7	16±2.9

Rashad ve arkadaşları başka bir çalışmalarında bakır-grafen hibritleri ile magnezyum-grafen kompozitlerinin geliştirilmiş mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Bakır grafit nanotabaka (GNP) hibrit partikülleri ile güçlendirilmiş yeni magnezyum nanokompozitlerini kısmi toz metalurjisi yöntemi ile hazırlamışlardır. Ardından sıcak ekstrüzyon tekniğini uygulamışlardır. Monolitik Mg ile karşılaştırdıklarında, Mg-1Cu-xGNPs nanokompozitlerinin daha yüksek çekme ve basma dayanımı sergilediğini bulmuşlardır. Kısmi toz metalurjisi

tekniklerinin Mg-bazlı kompozit malzemenin GNP' lerin iki boyutlu karbonlu materyalleri ile güçlendirilmesi için etkili bir teknik olduğunu söylemişlerdir. Tablo 4.15' te görüldüğü üzere GNP ilavesiyle elastik modül, akma dayanımı, çekme mukavemeti ve sertlikte artış olduğu görülmüştür. En yüksek değerlerin Mg-1Cu-0.54GNP kompozitlerinde olduğunu rapor etmişlerdir. Bununla birlikte % 0.36 GNP ilavesine kadar sünekliğin arttığını ancak % 0.54 GNP ilavesiyle değerlerin azaldığını dile getirmişlerdir [55].

Tablo 4.15. Oda sıcaklığında saf mg ve kompozitin mekaniksel özellikleri [55].

Malzemeler	Elastik modül (GPa)	% 0.2 akma dayanımı (MPa)	Nihai çekme mukavemeti (MPa)	Kopma uzaması (%)	Sertlik (HV)
Pure Mg	7.4±0.3	104±4	164±5	6.2±1.8	40±3
Mg-1Cu-0.18GNPS	10.6±0.4	160±6	240±2	10.4±2.1	44±2
Mg-1Cu-0.36GNPS	12.4±0.25	184±3	252±3	12.2±1.3	46±3
Mg-1Cu-0.18GNPS	14.0±0.16	226±5	260±5	4.8±2.5	56.7±1

5. EŞİT KANALLI AÇISAL PRESLEME

Metalik numuneleri haddeleme veya ekstrüzyonun standart endüstriyel metal işleme prosesleri dahil olmak üzere, uygulanan bir yüke maruz bırakmak için iyi bilinen çok sayıda yöntem bulunmaktadır. Ancak bu yöntemlerin tümü, numunenin fiziksel boyutlarında bir değişiklik gerektirmektedir. Aksine, eşit kanallı açısallı presleme (EKAP) bu geleneksel prosedürlerden farklıdır; çünkü numunenin kesit boyutları uygulanan yük sırasında değişmeden kalmaktadır. Tarihsel olarak, EKAP işlemi 1970-1980' li yıllarda ilk olarak Segal ve çalışma arkadaşları tarafından Sovyetler Birliğinde uygulanmış ve geliştirilmiştir. Ancak bu süreç batı ülkelerinde yalnızca son beş veya altı yıl içinde önemli bir ilgi görmektedir.

Şiddetli plastik deformasyonun (SPD) tane büyüklüğü 10-1000 nm aralığında değişen ultra ince taneli (UFG) metallerin üretilmesinde etkili bir yöntem olduğu kanıtlanmıştır. SPD tekniklerini geliştirmek, UFG metallerini ve gelişmiş özelliğe sahip alaşımları üretmek amaçlanmıştır. Şimdiye kadar, tüm SPD teknikleri arasında (EKAP) veya alternatif olarak eşit kanal açılı ekstrüzyon (EKAE) en fazla dikkat çeken yöntemlerdir. Çünkü UFG yapılarının üretilmesinde çok etkilidir ve çeşitli yapısal uygulamalar için yeterli büyüklükte UFG kütükleri üretebilir. Bu yeteneklerinden dolayı EKAP, SPD teknikleri arasında ticarileştirmek için en umut verici yöntemdir. Metal tane büyüklükleri, EKAP işlemiyle şiddetli plastik deformasyona (SPD) maruz bırakılarak, alt mikrometreye ve hatta nanometre seviyesine kadar tane inceltilmektedir. Kayma sistemleri, kesme modelleri, numuneye uygulanacak toplam gerilme, kalıp geometrisi ve pres rejimleri EKAP' ı etkileyen başlıca deneysel faktörlerdir. Bu parametreler, presleme işlemi sırasında mikroyapısal inceltmede önemli bir rol oynamaktadır. Bunun için proses parametrelerini ve rotaları oluşturmak amacıyla kapsamlı araştırmalar yapılmıştır. Proses rotası, tane inceltme ve tane şeklini önemli ölçüde etkilemektedir. Çubuk şeklinde hazırlanan malzeme, enine kesitte eşit olan iki kanalın Φ açısında kesiştiği bir kalıp boyunca preslenmektedir. Numune üzerine, kalıp içindeki kesme düzleminden geçtiği için büyük bir gerilme uygulanmaktadır. Sonucunda numune, enine kesit boyutlarında herhangi bir değişiklik olmadan kalıptan çıkmaktadır. Herhangi bir değişikliğin olmaması, EKAP' ı ekstrüzyon ve haddeleme gibi daha geleneksel işlem tekniklerinden ayırt etmektedir. Bununla birlikte aynı numuneyi çok yüksek toplam gerginlik elde etmek için kalıp boyunca tekrar tekrar basma fırsatı sunmaktadır. Diğer avantajları; oldukça geniş yüzeylere uygulanabilir, böylece çok çeşitli yapısal uygulamalarda kullanılabilecek malzemeleri üretme potansiyeli vardır. İkincisi, çok çeşitli alaşımlar üzerinde kolayca gerçekleştirilebilen nispeten basit bir prosedürdür. Kalıbın yapımı hariç çoğu laboratuvarında kolayca kullanılabilen bir ekipmandır. Üçüncüsü, farklı kristal yapıları olan malzemelere; intermetalik ve metal matris kompozitlere kadar birçok malzemeye EKAP uygulanabilir. Dördüncü olarak, preslerin yeterince yüksek bir gerilmeye devam etmesi

koşuluyla, makul homojenliğe ulaşılmaktadır. Ticari metal işleme prosedürlerinde kullanılmak üzere EKAP geliştirme potansiyeli vardır.

EKAP, ultra ince taneli yapı elde etmek için etkili bir yöntem olduğunu kanıtlamıştır. Toz metalurjisinde kullanılan alaşımların üretiminde kullanılmaktadır. Örneğin artan grafen içeriğine sahip bir alüminyum ve grafen karışımı EKAP tarafından proses edilmektedir. Kimyasal kararlılıklarını koruyabilirler. Yüksek termal kararlılığa sahiptirler ve ısıya dayanıklıdırlar. Ancak EKAP tekniğinin orijinal tasarımında bazı sınırlamaları vardır. Özellikle iş parçasının uzunluğu iki faktörle sınırlıdır: (1) en boy oranının (uzunluk: çap) kritik bir değerden daha küçük olması gerekir, böylece iş parçası presleme sırasında bükülmez. Ve (2) baskı kolunun sınırlı bir hareket mesafesi vardır. İş parçası uzunluğunun sınırlandırılması, EKAP' ı düşük üretim verimliliği ve yüksek maliyetiyle birlikte kesintili bir işlem haline getirir. Ek olarak, bir iş parçasının her ucuna yakın bir uzunlukta olması genellikle homojen olmayan deformasyon nedeniyle dağınık bir mikro yapı ya da makro çatlaklar içermesine neden olmaktadır. Böylece iş parçasının önemli bir kısmını boşa harcar ve bu da EKAP tarafından üretilen UFG malzemelerinin maliyetini daha da arttırmaktadır. Kesintili bir işlem olması ve malzeme atığına sebep olması EKAP tarafından üretilen UFG malzemelerini pahalı hale getirmektedir. Bu yüzden uygulamalarını malzeme maliyetinin önemli bir sorun olmadığı tıbbi implantlar ve cihazlar gibi yüksek değerli pazarlarla sınırlandırmaktadır. Aynı zamanda başka bir problem ise silindirik kesitli malzemelerin ilk preslemeden sonra ikinci kez preslenmeleri sırasında numunenin kalıp içerisine tekrar yerleştirilmesi tahmini bir açı ile yapılmaktadır. Bununla birlikte EKAP sırasında tane inceltme kavramı hala çok yüzeyseldir ve çelişkili sonuçlar bildirilmiştir.

Mikroyapısal gelişimi önemli ölçüde etkileyen faktörden biri; kayma gerilimini tek bir geçişten belirleyen kanal kesişme açısı Φ' dir. Deforme olmuş numunedeki kaymanın (Y) büyüklüğü sürtünmesiz şartlar varsayılarak belirlenmiştir.

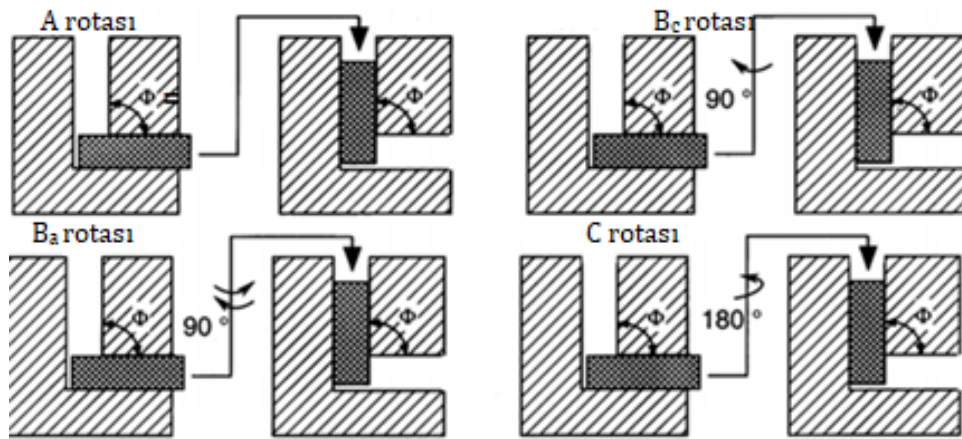
$$Y = 2 \cot\left(\frac{(\Phi+\Psi)}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{(\Phi+\Psi)}{2}\right) \quad (1)$$

Ayrıca, N geçişten sonra etkili yükün (ϵ) büyüklüğü aşağıdaki 2. denklem ile verilmiştir.

$$(\epsilon_{eq}) = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[\left(2 \cot\left(\frac{(\Phi+\Psi)}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{(\Phi+\Psi)}{2}\right) \right) \right] \quad (2)$$

EKAP işlemi sırasında numuneye uygulanan etkili yükü temsil etmektedir. Ancak, deneysel çalışmada gözlemlenen numunenin kesitinde bölgesel deformasyon davranışını veya gerilim dağılımının homojen olmadığını göstermemektedir. EKAP tarafından nano yapı oluşumu sonrası malzeme yapısının gelişimi ve mekanik özelliklerindeki değişim birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Proses parametrelerinin malzemelerin küresel ve yerel deformasyon davranışları üzerindeki etkisi, sonlu elemanlar yöntemi kullanılarak da incelenmiştir. Sonlu elemanlar modellemesinden elde edilen kanıtlar, iki kanalın kesiştiği keskin dış köşede malzeme

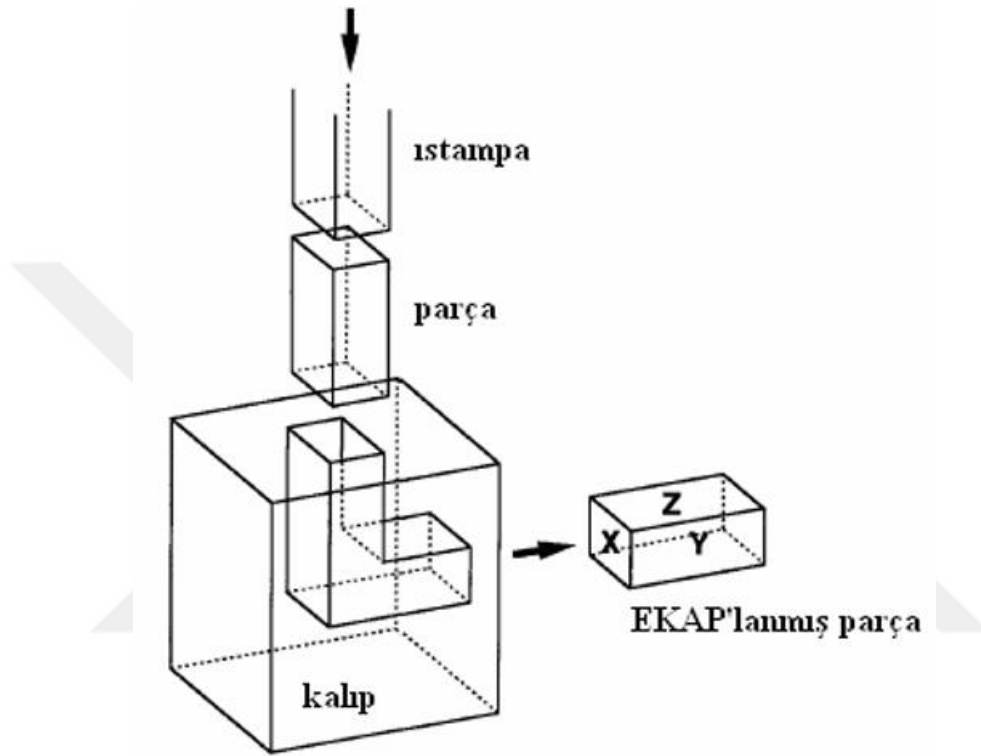
ile doldurulmadan kalan küçük bir "ölü bölge" nin oluşması nedeniyle hem $\Phi = 90^\circ$ hem de $\Psi = 0^\circ$ (dış eğrilik açısı) olan kalıplarla ilgili potansiyel bir problemi ortaya koymaktadır. $\Phi = 90^\circ$ ve $\Psi = 0^\circ$ olduğunda, yukarıdaki denklemdeki toplam yük $\varepsilon = 1.15$ olmaktadır. Küçük Φ , her geçişten daha yüksek kesme gerilimi sağlamaktadır. Bu nedenle taneleri inceltmede daha etkili olmaktadır. Literatürde 90° ile 157.5° arasında değişen Φ değerleri bildirilmiştir. Aynı zamanda tane inceltme ve tane şekli işlem yolu ile de önemli ölçüde belirlenir. Mikroyapısal gelişimi önemli ölçüde etkileyen diğer faktör ise işlem yoludur. Bir numune EKAP kalıbı boyunca tekrar tekrar basıldığında, kristalin numune içindeki genel kesme özelliklerinin, numunenin ayrı ayrı presler arasında döndürülmesiyle değiştirilebileceği kabul edilmiştir. Presleme işlemi ile elde edilen nihai tane büyüklüğü ve homojen bir mikro yapı elde etmek için geçiş sayısı önemli bir parametredir. Genelde EKAP işleminde aynı kesit alanı olan iki kanal vardır. Numuneler, kanalların boyutlarına göre dairesel veya kare olmaktadır. Şekil 5.1' de dört EKAP yolu gösterilmektedir. A rotasında, kütük döndürülmemektedir; rota BC' de, kütük saat yönünde 90° döndürülmektedir; BA rotasında, kütük saat yönünde 90° döndürülmekte ve alternatif olarak saat yönünün tersine döndürülmektedir; C rotasında ise, kütük 180° döndürülmektedir. A rotası için $\Phi = 120^\circ$ açılı bir kalıp kullanıldığında daha etkili olabileceğini gösteren kanıtlar bulunmaktadır. EKAP yolunun tane inceltme ve mikroyapısal gelişim üzerindeki etkisini incelemek için kullanılmış malzemeler arasında bakır, alüminyum ve alüminyum alaşımları, nikel, demir ile çelik, titanyum ve titanyum alaşımları bulunmaktadır.



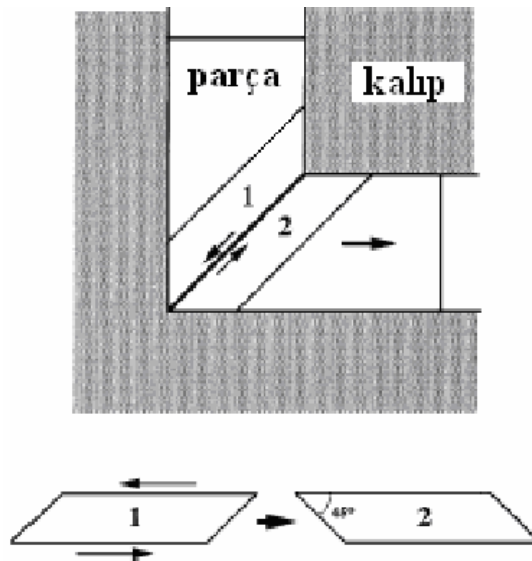
Şekil 5.1. EKAP yollarının dönme şemaları [57].

EKAP yönteminin ilkesi, Şekil 5.2' deki üç boyutlu çizimde şematik olarak gösterilmiştir. EKAP kalıbı, enine kesitte eşit olan ve kalıbın merkezine yakın bir açıyla kesişen iki kanal içermektedir. Test numunesi bu kanallara uyacak şekilde işlenir ve bir piston kullanılarak kalıpta bastırılmaktadır. Kalıptan geçerken numuneye uygulanan gerilme, Şekil 5.3' te şematik olarak gösterilmiş olup, basitlik açısından, iki kanal arasındaki kesişme açısının 90° olduğu varsayılmıştır. Böylece, kesme düzleminde, Şekil 5.3' teki 1 ve 2 olarak etiketli iki bitişik bölüm

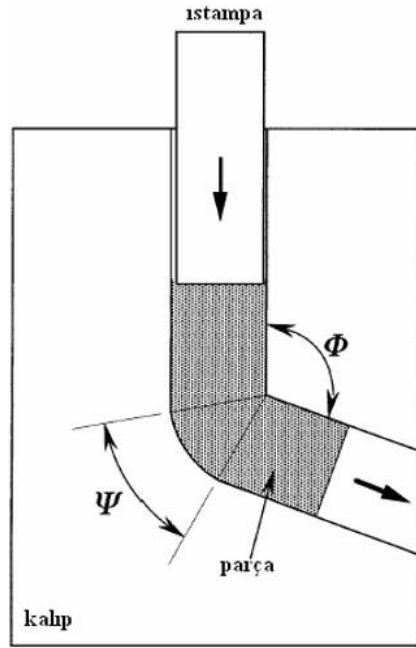
arasında basit kesme uygulanmaktadır. Şekil 5.2' de gösterildiği gibi kalıptan çıkma noktasında numune içinde üç düzlem tanımlanmaktadır. Burada x düzlemi, örneğin uzunlamasına eksenine dik olduğu, y ve z düzlemlerinin sırasıyla yan ve üst yüzlere paralel olduğu gözlemlenmektedir. Şekil 5.4 ise kalıp boyunca bir kesiti göstermektedir. İki kanalla ilişkili eğriliği tanımlayan iki iç açı Φ ve Ψ 'yi tanımlar: Kanallar arasında bir Φ açısı ve iki kanalın kesiştiği dış eğrilik yayında bir Ψ açısı vardır.



Şekil 5.2. EKAP' ın üç ortogonal düzlemi x, y ve z olarak gösteren şematik gösterimi [61].



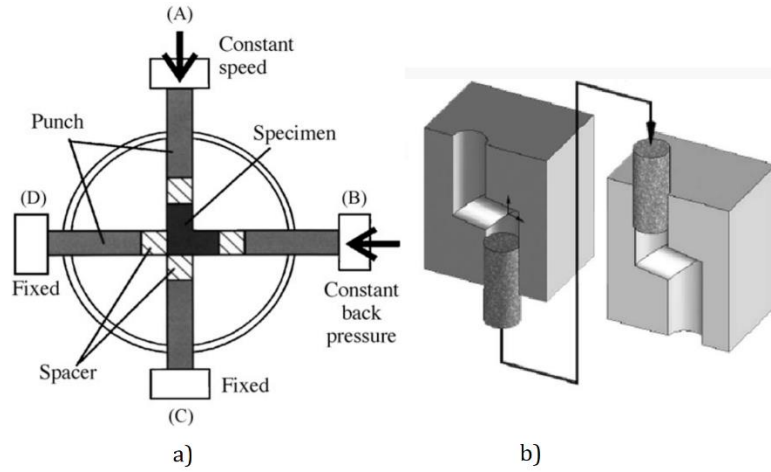
Şekil 5.3. EKAP' ta 1 ve 2 bölümleri arasında kayma ilkesi [61].



Şekil 5.4. Ψ ve Φ açılarını gösteren EKAP kalıbından bir kesit [61].

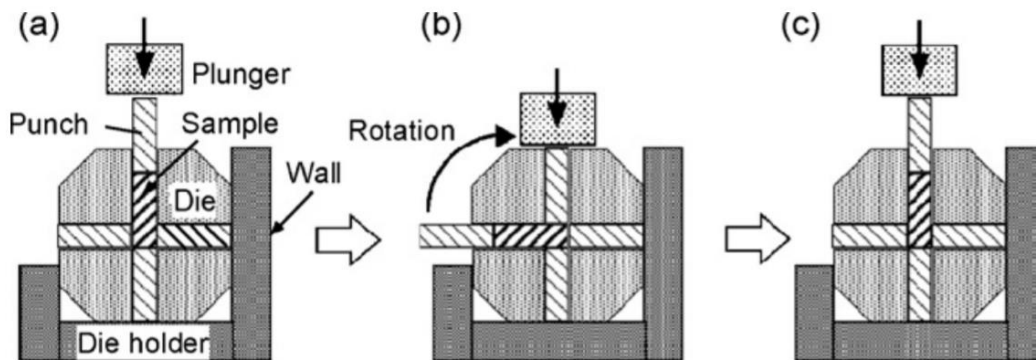
Numune kalıptan geçtiğinde, Von Mises eşdeğer yükünün kesin değeri, Şekil 5.4' de görünen bu iki açıya Φ ve Ψ değerlerine bağlıdır. Numunenin kesit boyutları, kalıp boyunca tek bir geçişte aynı kaldığından, çok yüksek bir toplam gerilme elde etmek için numune kalıp boyunca tekrar tekrar basılabilmektedir. Sonlu elemanlar modellemesinin sonuçlarında, iki kanalın kesiştiği keskin dış köşede malzeme ile doldurulmadan kalan küçük bir "ölü bölge" nin oluşması nedeniyle hem $\Phi = 90^\circ$ hem de $\Psi = 0^\circ$ olan kalıplarla ilgili potansiyel bir problem yaşanmaktadır. Şiddetli kayma elde etmek için Φ açısı, mümkün olduğunca küçük tutulmaktadır. Aynı zamanda $90^\circ > \Phi$ olduğunda kanal köşesinde bozuk metal bölgesi oluşmaktadır. Bu yüzden ideal olanı $\Phi = 90^\circ$ olarak tavsiye edilmektedir [56-65].

Düzgün kayma deformasyonunun üretilmesi ve iş parçasında kusurların önlenmesi için yüksek bir geri basınç uygulanmaktadır. Şekil 5.5 (a)' da uygulanan yüksek bir geri basınç işleme gösterilmiştir. Fonksiyon jeneratörü tarafından kontrol edilen zımba A sabit bir hızda hareket etmektedir ve zımba B sabit bir geri basınç oluşturmaktadır. Son zamanlarda, EKAP sürecini bilgisayarlar tarafından kontrol edilen bir geri basınçla yürütmek için, EKAP kalıp setleri geliştirilmiştir. Şekil 5.5 (b)' de ise tekrarlı geçişler için çalışma prensibi gösterilmiştir.



Şekil 5.5. (a) Tekrarlanan yan ekstrüzyon işleminin geri basınçla şematik gösterimi, (b) tekrarlı geçişler için çalışma prensibi [66,67].

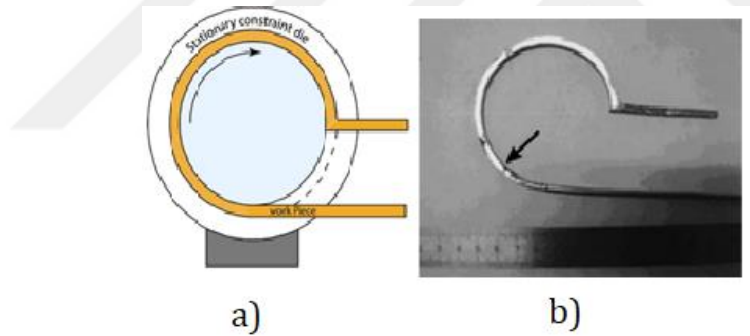
Şekil 5.6 (a) da görülen döner kalıp tekrarlı EKAP uygulamak için basit yöntemlerden biridir. Numune dikey kanala yerleştirilir, böylece alt zımba üzerinde durur ve numuneyi bir piston ile preslemek için bir üst zımba yerleştirilir. Tek bir preslemeden sonra yapı Şekil 5.6 (b)' de gösterilmektedir ve basıldıktan sonra kalıp 90° döndürülmektedir. Böylece Şekil 5.6 (c) ' de gösterildiği gibi tekrar preslenmektedir. Bu tip preslemenin önemli bir avantajı, işlemin basitliğidir. Bu EKAP aparatı kullanılarak, bir numune zımba A tarafından zımba B' den geri bir basınçla, Şekil 5.5 (a)' da gösterilene benzer şekilde basılabilmektedir. Tekrarlanan preslemeler, döner EKAP ile yapılabilmektedir. Tekrarlayan EKAP işlemiyle aynı şekilde, kalıptaki kanal dönüş sayısını arttırarak tekrarlayan sayıyı azaltmaya yönelik bir yöntem geliştirilmiştir. İki dönüş kanalı kullanılarak bir geçişte gerilme iki katına çıkar ve EKAP işleminin verimi artmaktadır.



Şekil 5.6. Bir döner kalıbı kullanarak EKAP işlemi: (a) başlangıç durumu, (b) bir geçişten sonra ve (c) 90° kalıp dönmesinden sonraki şekli [66].

EKAP-Conform sürecinin ilkesi, Şekil 5.7' de şematik olarak gösterilmiştir. Gösterildiği gibi, merkezde döner bir shaftı ve iş parçasının beslendiği bir yivi içerir. İş parçası, çalışma parçasını mil ile birlikte döndüren yiv ile üç temas arayüzündeki sürtünme kuvvetleri tarafından

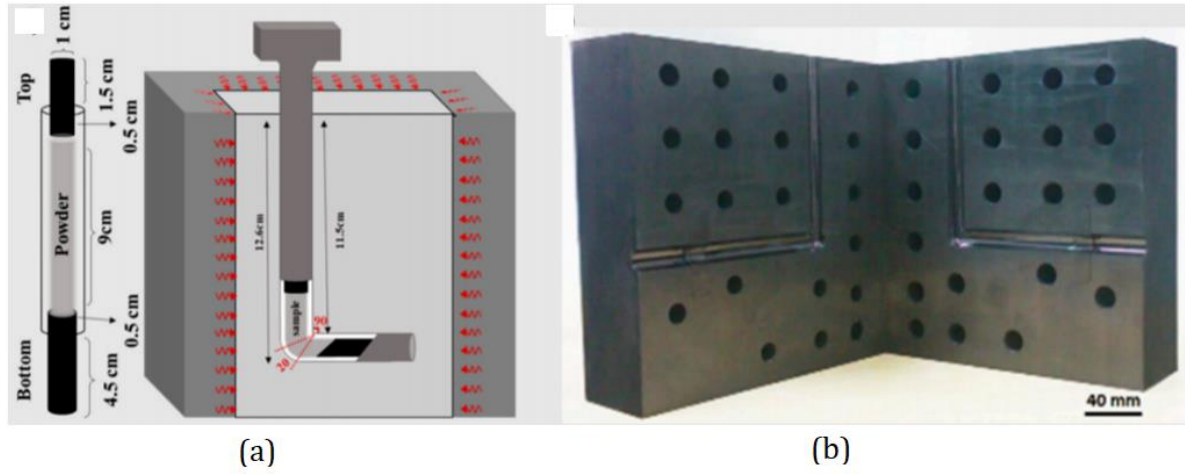
ileri sürülmüştür. İş parçası, sabit bir kısıtlama kalıbı ile yive sınırlandırılmıştır. Sabit kısıtlama kalıbı aynı zamanda iş parçasını da durdurmaktadır. Ve normal EKAP işleminde olduğu gibi keserek açısını açmaya zorlamaktadır. Mevcut kurulumda, EKAP' ta en sık kullanılan kanal kavşak açısı 90° civarındadır. Bu kurulum etkili bir şekilde EKAP' ın sürekli olmasını sağlamaktadır. Diğer EKAP parametreleri (kalıp açısı, gerilme hızı vb.) de kullanılabilir. Şekil 5.7 b' de Al iş parçası gösterilmiştir. İlk EKAP geçişinden sonra EKAP-Conform sürecinin her aşamasında, ilk yuvarlak besleme malzemesinden dikdörtgen Al çubuğuna kadar bir Al iş parçası göstermektedir. Okla gösterilen yere dikkat edilirse dikdörtgen kesit, tel oluğa girdikten kısa bir süre sonra oluşmuştur. Conform sürecinin temel özelliği budur. Bu değişim, yiv çeperi ile Al iş parçası arasındaki sürtünme kuvveti ile gerçekleştirilmiştir. Sürtünme kuvveti teli ileri itmiştir, kabloyu yiv şekline uyacak şekilde deforme etmiştir. Tel kesiti kare şekline döndükten sonra, birim tel uzunluğu başına sürtünme kuvveti, yiv ve tel arasındaki daha büyük temas alanı nedeniyle daha büyük olmuştur. Geleneksel EKAP' ta olduğu gibi, iş parçası 90° bir dönüş yapmak zorunda kaldığı için bir kesme gerilmesine maruz bırakılmıştır. Deformasyonun bu kısmı, geleneksel EKAP işlemindeki ile benzerdir. Bu yüzden bu yeni teknik EKAP-Conform olarak tanımlanmıştır [56,66].



Şekil 5.7. (a) EKAP-Conform' un şematik gösterimi, (b) EKAP-Conform sürecinde bir Al iş parçası [56].

Azar ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmada hazırlanan karışımı birleştirmek için karma tozlar Şekil 5.8 a' ya göre bir EKAP kalıbı kullanılarak bastırılmıştır. Şekil 5.8 b' de gösterildiği gibi, çelik kalıp $\Psi = 20^\circ$ ve $\Phi = 90^\circ$ açısıyla kesişen yatay ve dikey kanallara sahiptir. Ayrıca, kalıp kanallarının yüksekliği ve çapı sırasıyla 126 mm ve 12,3 mm' dir. Açığa çıkan ısının ve numune ile kalıp arasındaki sürtünmenin azaltılması, numunelerde ölü parçaların oluşmasının önlenmesi ve toz parçacıklarının bir arada tutulması için bakır boru kaplama kullanılmıştır. Ayrıca, bakır borunun altına ve üstüne iki kısa çubuk yerleştirilmiştir. Ardından boru karışık tozlarla doldurulmuştur. Tozları sıkıştırmadan önce, numune ve kalıp, 2 saat boyunca 200°C ' ye ulaşmak için dakikada 0.83°C lik bir ısıtma hızında ısıtılmıştır. Daha sonra basılıp, EKAP tarafından oluşturulan örnekler doğal olarak soğutulmuştur. Ve sonuçlar, bu yöntemin daha fazla

sinterleme işlemine ihtiyaç duymadan, 200 °C' de kayma gerilimi ile sıkıştırılmış tozları bir seferde birleştirmek için kolay bir işlem olarak kabul edilebileceğini doğrulamıştır [68].



Şekil 5.8. (a) Konsolidasyon sürecinin şeması ve (b) kullanılan eşit kanallı açılal presleme (EKAP) kalıbı [68].

6. DENEYSEL ÇALIŞMA

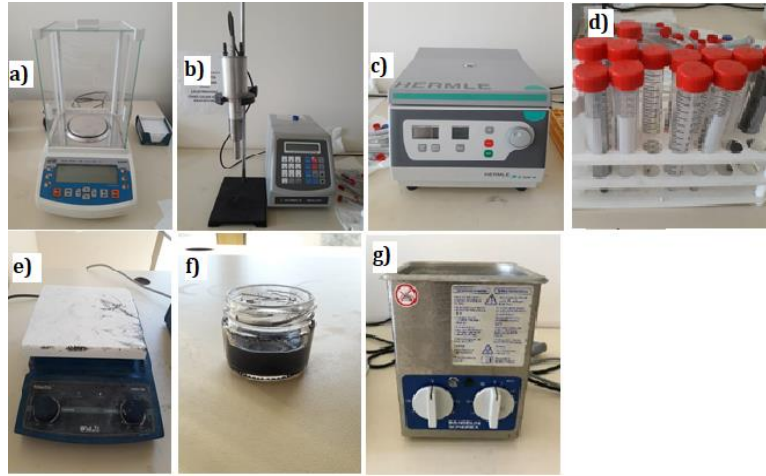
6.1. Kullanılan Malzemeler

Tez çalışmasında grafen üretimi için; başlangıç malzemesi olarak Merck marka hegzagonal grafit tozu (% 99.5) tercih edilmiştir. Aynı zamanda Şekil 6.1’ de gösterilen “Merck” marka 2–propanol (a), “Merck” marka etanol (b), sürfektan olarak da “Sigma” marka sodyum dodesil sülfat (SDS) (c) kullanılmıştır. Solvent olarak “Merck” marka dimetilformamid (DMF) tercih edilmiştir. Üretilcek kompozit malzemenin ana matrisi içinse $\geq 160 \mu$ olan “Roth” marka alüminyum ($\geq$ % 99.5) (d) kullanılmıştır.



Şekil 6.1. Kullanılan solventler ve sürfektan.

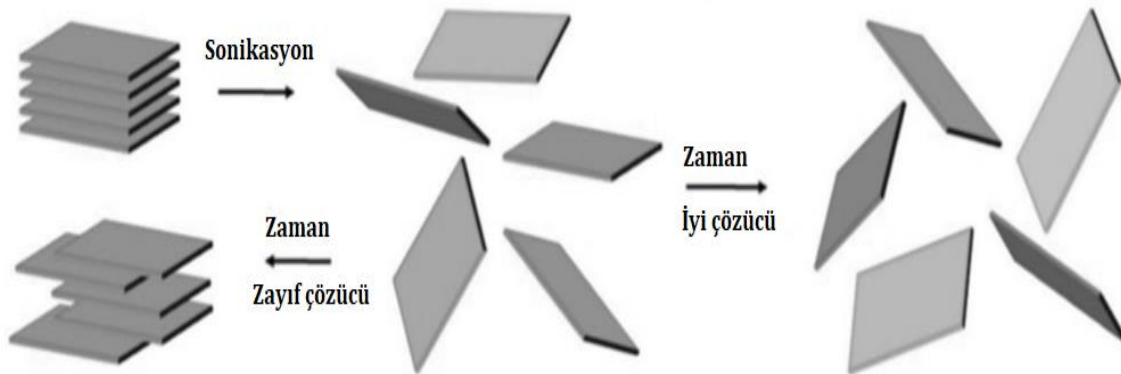
Grafen üretiminde kullanılan teçhizatların resimleri Şekil 6.2 (a-g)’ de verilmiştir. Şekil 6.2’ den görüleceği üzere malzeme tartımları Radwag AS 220.R2” (a) marka hassas terazi ile yapılmıştır. Merck marka hegzagonal grafit tozlarının sonikasyon işlemi “Sonics Vibra-cell VCX750” (b) marka ve model sonikatör yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Daha sonra gerçekleştirilecek olan santrifüj işlemi “Hermle Z 206 A” (c) marka cihazında yapılmıştır. Santrifüj işleminde “İzolab” marka 15 ml hacminde plastik santrifüj tüpleri (d) kullanılmıştır. Malzemeler “Wisd MSH-20A” (e) model ve marka manyetik karıştırıcı yardımı ile karıştırılmış ve istenmeyen solventler uzaklaştırılmıştır. Sonucunda üretilen grafen tozları 40ml’ lik cam kavanozlarda (f) saklanmıştır. Ayrıca solventler etanol ile yıkanırken “Bandelin Sonorex” (g) marka ultrasonik havuz içerisinde tutulmuştur.



Şekil 6.2. Üretim esnasında kullanılan teçhizatlar.

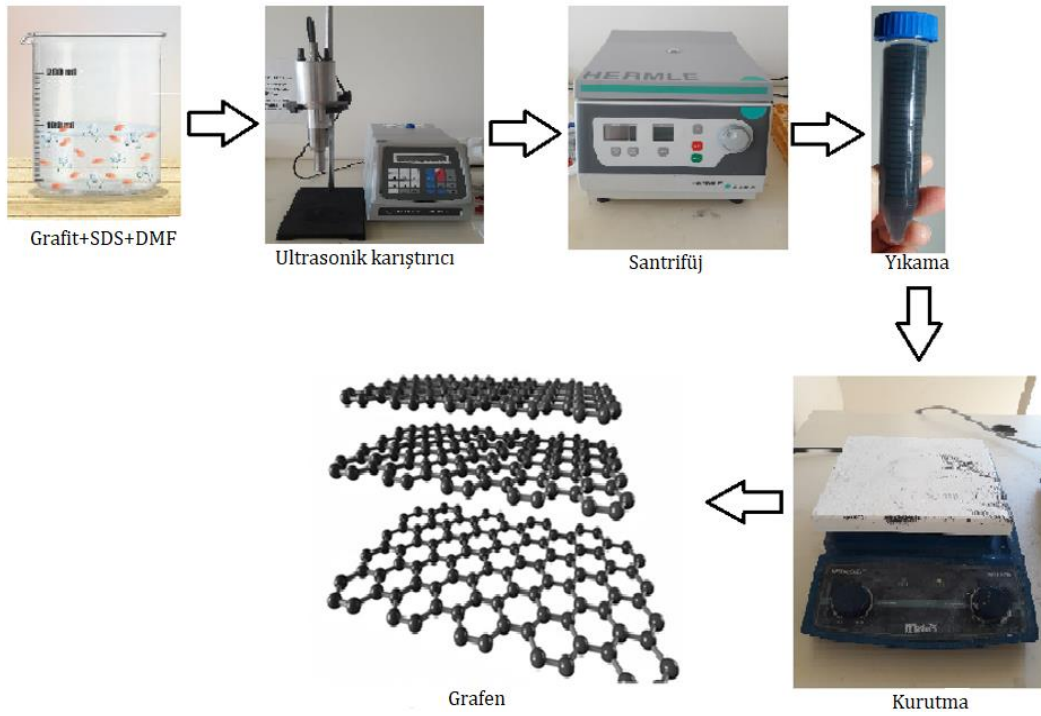
6.2. Takviye Malzemesi Olarak Kullanılacak Grafenlerin Sıvı Faz Eksfolasyon (LPE) Yöntemi İle Üretimi

Yapılan çalışmada başlangıç malzemesi olarak “Merck” marka hegzagonal grafit tozu (%99.5) kullanılmıştır. Sıvı faz eksfolasyon yöntemiyle hegzagonal grafit tozları grafen nano tabakalar haline getirilmiştir. Bu yöntem şöyle açıklanabilir; hegzagonal grafit tozları birbirlerine van der Waals bağları ile bağlı pek çok grafen tabakasının bir araya gelmesiyle oluşmuştur. Grafit içinde bulunan bu grafen tabakalarının arasındaki bağların koparılmasıyla grafen üretimi gerçekleştirilmektedir. Sıvı faz eksfolasyon yöntemi bir solvent içerisine grafitin eklenmesiyle ve bir karıştırıcı yardımıyla grafit tabakalarının arasına solvent atomlarının yerleştirilmesi sayesinde van der Waals bağlarının koparılması esasına dayanır. Burada solvent olarak DMF kullanılmıştır. Elde edilecek grafenin verimini arttırmak için solventin içerisine sodyum dodesil sülfat (SDS) gibi bir sürfektan eklenmiştir. Bu çalışmada grafen üretimi için tercih edilen sıvı faz eksfolasyon yöntemi Şekil 6.3’ de şematik olarak verilmiştir.



Şekil 6.3. Sonikasyon destekli eksfolasyon [69].

Bu çalışmadaki grafen üretimi için 0.7 gram grafit ve sodyum dodesil sülfat (SDS), 100 ml Dimetilformamid (DMF) içerisinde “Sonics Vibra-cell VCX750” (Şekil 6.2) marka ve model sonikatör yardımıyla % 75 güçte, 2 saat sonike edilmiştir. Daha sonra “Hermle Z 206 A” (Şekil 6.2) marka santrifüj cihazında 6000 rpm hızla, 3 saat santrifüj işlemine tabi tutulmuştur. Kullanılan solventlerden ayrılan ürün yıkanmıştır. Daha sonra “Wisd MSH-20A” (Şekil 6.2) model ve marka manyetik karıştırıcı yardımı ile kurutulmuştur. Şekil 6.4’ te üretim aşamaları gösterilmiştir.



Şekil 6.4. Grafen üretim aşamaları.

Üretilen grafenlere raman, XPS ve TEM deneyleri yapılmıştır.

6.2.1. Raman spektroskopisi

Raman etkisinin tanımına klasik yaklaşım, saçılma molekülünü basit harmonik titreşimlerden daha basit bir atom topluluğu olarak görmektedir. Ve titreşimin enerjisinin miktarını hesaba katmaktadır. Raman mikroskobu, bir numunenin kafes titreşimlerinden gelen kimyasal bilgilerini açıklamaktadır. Numune, bir lazerden gelen tek dalga boylu bir ışıkla vurulmaktadır. Daha sonra numune tarafından verilen ışık algılanmaktadır. Bir katı üzerinde meydana gelen ışık olayı çoğunlukla, ν_0 frekansında bir değişiklik olmadan yansıtılmaktadır. Ancak küçük bir miktar ışık, biraz farklı bir frekansta, $\nu_0 \pm \nu$ olarak yayılmaktadır. Frekanstaki bu değişiklik, Raman saçılması olarak bilinmektedir. Bir katıdaki titreşim modları, karakteristik bir Raman saçılımı sağlamaktadır. Raman saçılmasından kaynaklanan frekanstaki değişim, sadece gelen ışık katının polarize edilebilirliğinde bir değişiklik meydana getirdiğinde tespit

edilmektedir. Raman spektrumları her bileşiğe özgüdür ve bu nedenle bir malzemenin yapısını ayırt etmek için kullanılmaktadır [70,71]. Analiz metotları arasında grafenleri tespit etmek için kullanılan en önemli metotlarından biri Raman spektroskopisidir. Raman spektroskopisi, grafenin katman sayısını ve defekt oranını yorumlamamızı mümkün kılmaktadır.

Raman ölçümleri, Erzurum Atatürk Üniversitesi merkez laboratuvarı olarak kurulan Doğu Anadolu Yüksek Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi 'nde (DAYTAM), "WITech alpha 300R" marka Raman cihazı kullanılarak 532 nm dalga boyunda lazer ışını altında yapılmıştır (Şekil 6.5).

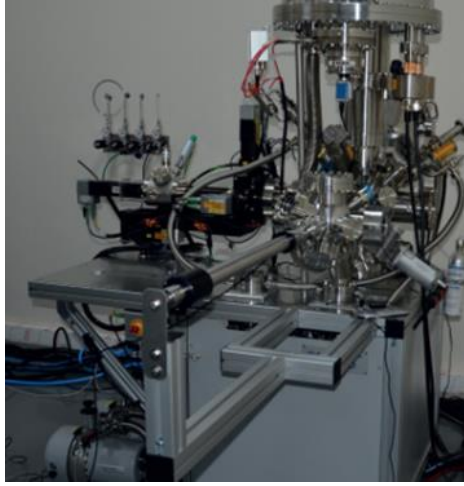


Şekil 6.5. Raman cihazı.

6.2.2. X-ışını fotoelektron spektroskopisi

X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS, ESCA), X-ışını bombardımanına tutulmasıyla yüzeyden yayılan elektronların enerji dağılımının incelenmesidir. Prensipinde, temelden değerlik seviyelerine kadar tüm elektronlar incelenebilmektedir. Bu açıdan, teknik, sadece değerlik elektronlarının çalışıldığı morötesi fotoelektron spektroskopisinden farklıdır. X-Ray fotoelektron spektroskopisi bir malzemenin yüzeyleri hakkında kimyasal analiz yapmak için kullanılan bir tekniktir. İncelenen yüzeydeki atom ya da moleküllerin saçılan elektronların kinetik enerjisinin ölçülmesi prensibine dayanır. Bu teknik; elementlerin, anorganik bileşiklerin, metal alaşımların, yarı-iletkenlerin, polimerlerin, katalizörlerin, cam ve seramik örneklerin, boya ve mürekkeplerin ve medikal protezlerin analizinde kullanılmaktadır. Aynı zamanda XPS analizi grafenlerdeki oksit miktarının ve solventlerin uzaklaştırılıp uzaklaştırılmadığının bilgisini vermektedir [72].

XPS ölçümleri, Erzurum'da bulunan Atatürk Üniversitesi'nin Merkez Laboratuvarı olarak kurulan Doğu Anadolu Yüksek Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde (DAYTAM), "Specs-Flex" marka XPS cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 6.6).



Şekil 6.6. X-ışını fotoelektron spektroskopisi.

6.2.3. Geçirimli elektron mikroskobu

Geçirimli elektron mikroskobu veya transmisyon elektron mikroskobu (TEM) da denilen bu analiz çok ince bir numune içinden geçirilen yüksek enerjili elektronların görüntülenmesi prensibine dayanmaktadır. İncelenecek numune yüksek enerjili elektronlarla bombardımana tutulmaktadır. Bu elektronların enerji seviyelerine bağlı olarak ya numuneden geçerler ya da kırınıma uğrarlar. Kırınıma uğrayan elektronlar difraksiyon paterni oluşturarak malzemenin atomik yapısı hakkında bilgi vermektedir. TEM'ler, malzemelerin karakterizasyonunda tartışmasız en verimli ve çok yönlü araçları oluşturmaktadır. Bir malzemenin özelliklerinin çoğu, bileşim, yapı, bağ, morfoloji ve kusurlar dahil olmak üzere TEM'de doğrudan bulunabilmektedir [73,74].

İncelemeler Mersin Üniversitesinde bulunan "JEOL JEM-1011" marka elektron mikroskobu kullanılarak yapılmıştır. Ölçümler 200 kV gerilim altında gerçekleştirilmiştir (Şekil 6.7).



Şekil 6.7. Geçirimli elektron mikroskobu.

6.3. Alüminyum Matrisli Grafen Takviyeli Kompozitlerin Üretimi

Çalışmada alüminyum matrise üretilmiş olan grafen ağırlıkça % 0.1, % 0.2, % 0.3 ve % 0.6 oranlarında katılmıştır. 210 ml etanol içerisinde, 90 gram alüminyuma grafen takviyesi yapıp kompozisyonun homojen bir şekilde karışması zor olacağından 45 gram alüminyuma grafen oranları sırasıyla ilave edilmiştir. Tartımı yapılan tozlar 105 ml etanol içerisinde sürekli olarak sonike edilmiştir. Bir yandan da sonike edilen çözeltinin bir kısmı manyetik karıştırıcıda bulunan alüminyuma takviye edilmiştir. Bu esnada alkolden uzaklaştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Sürekli olarak tekrarlanan bu işlemlerden sonra toz haline gelen kompozisyon alınmış ve tamamen kuruması için fırına atılmıştır. Alkolün buharlaştığından emin olduktan sonra Şekil 6.8’ de gösterilen “Retsch” marka cihazda mekanik alaşımlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Numune 250 ml kapasiteli paslanmaz çelik öğütme kabında 15:1 toz bilye oranına sahip 12mm ve 50mm çapında bilye kullanılarak 170 rpm’ de 45 dakika boyunca öğütme işlemi yapılmıştır.



Şekil 6.8. Tozları öğütmek için kullanılan yüksek enerjili değirmen.

Öğütme işlemi gerçekleştirildikten sonra tozlara Şekil 6.9’ da belirtilen şekilde görülen pres kalıplarında, 500 Mpa basınçta soğuk presleme yapılarak 3 çeşit numune elde edilmiştir. (14 mm çapında 5 mm kalınlığında, 13 mm çapında 22 mm yüksekliğinde ve 20 mm çapında 40 mm yüksekliğinde). Elde edilen numunelere sinterleme işlemi yapmak üzere Şekil 6.10’ da gösterilen “Protherm” marka yatay fırın kullanılmıştır. Argon atmosferi altında 600 °C’ de 2 saat sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin tam yoğunluğa ulaşması için soğuk olarak 500 MPa’ da tekrar preslenmiş. ve 620 °C’ de 2 saat 2. kez sinterleme işlemi uygulanmıştır.



Şekil 6.9. Pres ve kalıplar.



Şekil 6.10. Sinterleme için kullanılan yatay fırın.

Elde edilen numunelerin ilk sinterleme işlemi ve 2 kez sinterleme işleminden sonra yoğunluk hesabı yapılmıştır. Aynı zamanda kompozitlere elektriksel iletkenlik, mikro ve makro sertlik, aşınma, DTA-TGA, basma testi ve SEM görüntü analizleri yapılmıştır.

6.3.1. Elektriksel İletkenlik Testi

Elektriksel iletkenlik testi için “FY TRONİX” marka cihaz kullanılmıştır (Şekil 6.11). Elektrik iletkenliği ölçme işlemi için dört uçlu iletkenlik ölçüm yöntemi kullanılmıştır. İletkenlik değeri doğrudan ölçüm sonucunda verilmemektedir. Cihaz, malzemenin direncini ölçtüktan sonra öz direnç ve öz iletkenlik değerleri denklem (2)’ye göre hesaplanmıştır.

$$\rho = R \times \left(\frac{A}{L}\right) \quad (1)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (2)$$

ρ = Öz direnç [ohm.cm]

σ = Öz iletkenlik [ohm.cm]⁻¹

V = Ölçülen gerilim değeri

I = Akım kaynağından uygulanan akım

R = Direnç [Ω]

A = Kesit alanı ($w \times t$) [cm^2]

L = Problar arasındaki mesafe [cm]



Şekil 6.11. Elektriksel iletkenlik test cihazı.

Elde edilen öz iletkenlik değerlerinden hareketle numunelerin elektriksel iletkenlikleri International Annealed Copper Standart (IACS) cinsinden verilmiştir.

6.3.2. Mikro ve Makro Sertlik

Mersin Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Laboratuvar'ında bulunan "BMS" marka mikro sertlik cihazı kullanılmıştır. Test oda sıcaklığında olup, test parametreleri 0.025 yük ve bekleme süresi 10 sn seçilmiştir. Kaba ve ince zımparalama ile parlatma işlemlerinden sonra yüzeyi hazırlanan numuneler tablaya yerleştirilir. Batıcı elmas ucu değme noktasına gelene kadar yükseltilir. Lensler kullanılarak numune üzerine bırakılmış olan iz analiz edilir. Analiz sonunda oluşan izin köşegen uzunlukları belirlenerek malzemenin sertlik değeri bulunmaktadır (Şekil 6.12).



Şekil 6.12. Mikro sertlik cihazı.

Makroserlik testi ise Mersin Üniversitesi Makine Mühendisliği Laboratuvar'ında bulunan Şekil 6.13' de gösterilen "DIGIROCK" marka makro sertlik cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Bu testte ön yük 10 kg ve toplam yük 60 kg olarak belirlenmiştir. Alüminyum kompozit malzeme olduğu için HRH seçilerek Brinell cinsinden değerler elde edilmiştir.



Şekil 6.13. Makro sertlik cihazı.

6.3.3. Aşınma Testi

Mersin Üniversitesi Makine Mühendisliği Laboratuvar'ında bulunan aşınma cihazında test yapılmıştır. Yük, malzeme kaybı ve mesafe ele alınmıştır. Numuneler 50 m, 100 m ve 150 m olarak belirlenen mesafelerde ve farklı yüklere (10N-20N-30N) maruz bırakılarak abraziv aşınma testine tabi tutulmuştur. Aşındırıcı olarak 220 mesh' lik SiC partikülleri içeren zımpara kullanılmıştır. Yük ve mesafeye göre numunelerde oluşan malzeme kayıpları tespit edilmiştir. Ve spesifik aşınma oranları hesaplanmıştır. Aşınan yüzeylerin optik mikroskop ve SEM görüntüleri alınmıştır (Şekil 6.14).



Şekil 6.14. Aşınma test cihazı.

6.3.4. DTA Testi

Numune ve referans madde arasındaki sıcaklık farkı, uygulanan sıcaklığın fonksiyonu olarak incelenmektedir. Numunenin sıcaklığı referansın sıcaklığından çıkartılmaktadır. Ve bu fark artan sıcaklığa karşı grafiğe geçirilmektedir. Burada görülen pikler endotermik ya da ekzotermik olabilmektedir. DTA testi için “DTG-60 AH” marka cihaz kullanılmıştır (Şekil 6.15).



Şekil 6.15. DTA test cihazı.

6.3.5. Basma Deneyi

Çekme deneyinin tersi olarak kabul edilen basma testinde; malzemeler uygulanan gerilmeler altında biçimlerini kalıcı olarak değiştirmektedirler. Yani plastik şekil değişimine uğramaktadırlar. Basma deneyi standartlara göre hazırlanan deney numunesinin, sabit sıcaklıkta, tek eksenle, belirli bir hızda, malzeme yük taşıyamaz duruma gelene kadar basılması işlemidir. Basma testi için “Shimadzu AG-X” marka cihaz kullanılmıştır.

6.3.6. Taramalı Elektron Mikroskobu

Taramalı elektron mikroskobunda (SEM); elektron kaynağından salınan elektronların numune ile etkileşimleri sonucunda elde edilen verilerin algılayıcılar tarafından işlenerek görüntü oluşumu esasına dayanmaktadır. Zımparalama, parlatma ve dağlama yapılarak yüzeyleri hazırlanan numuneler Mersin Üniversitesi İleri Teknoloji Eğitim Araştırma ve Uygulama Merkezinde bulunan “Zeiss Supra 55” marka ve model cihazla incelenmiştir.



Şekil 6.16. Tarama elektron mikroskobu.

6.4. Alüminyum Grafen Kompozitlerine EKAP İşleminin Uygulanması

EKAP işleminde; kalıp açılı, presleme hızı ve sıcaklığı, işlem rotaları, geri presleme ve preslenecek malzemenin kesiti gibi işlem parametreleri bulunmaktadır. Bu çalışma da kanal açısı= 120° ve köşe açısı= 20° olan kalıpla çalışılmıştır. Rota BC seçilmiştir. Toz metalurjisi yöntemiyle üretilen % 0.1 oranında grafen takviyeli ve saf alüminyum matrisli kompozitlere EKAP işlemi uygulanmıştır. 20 mm çaplı malzemelerin boyutlarında bir değişiklik olmadan malzemede meydana gelecek özelliklerdeki değişimlerin ortaya konması hedeflenmiştir. Öncelikle kalıp 1 saat boyunca 200°C ' de ısıtılmıştır. Daha sonra numune yerleştirilip bir süre daha ısıttıktan sonra 120° kalıp açısıyla, 200°C sıcaklıkta EKAP işlemi gerçekleştirilmiştir. 100 MPa basınçla 0,025 mm/sn hızla ve herhangi bir geri basınç uygulaması olmadan basılmıştır. Daha sonra doğal olarak soğumaya bırakılmıştır (Şekil 6.17).

EKAP işleminden sonra elde edilen numunelere SEM, elektriksel iletkenlik, aşınma, basma ve sertlik testleri yapılmıştır.



Şekil 6.17. Eş kanallı açılal presin görseli (EKAP).

Numunelere uygulanan işlemler ve verilen kodlar Tablo 6.1' de gösterilmektedir.

Tablo 6.1. Deneyde kullanılacak tozların oranları.

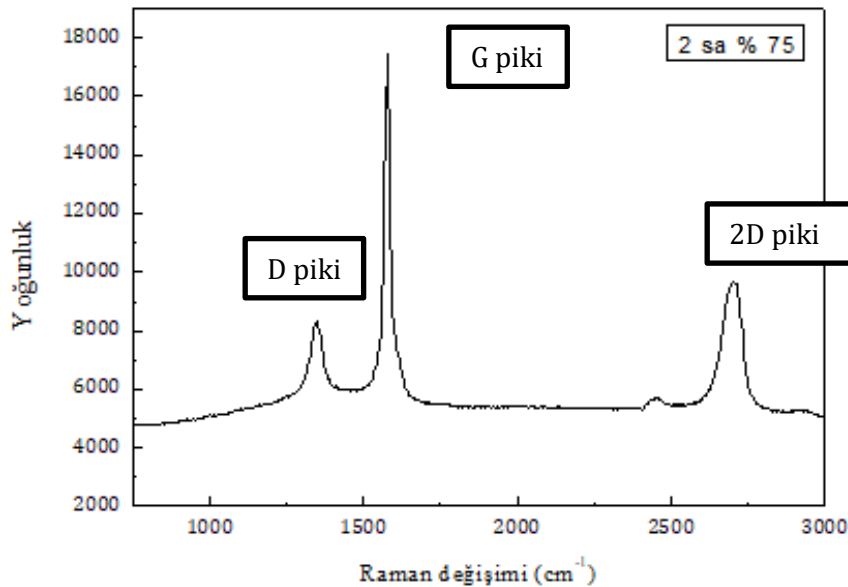
Numune Adı	% Grafen oranı	EKAP
N0	0	Yapılmamış
N1	% 0.1	Yapılmamış
N2	% 0.2	Yapılmamış
N3	% 0.3	Yapılmamış
N4	% 0.6	Yapılmamış
N5	0	Yapılmış
N6	% 0.1	Yapılmış

7. SONUÇLAR

7.1. Sıvı Faz Eksfolasyon Yöntemi ile Sentezlenen Grafenlerin Karakterizasyonu

Bu kısımda üretimi yapılan grafenlere uygulanan raman, TEM ve XPS sonuçları ile karakterize edilmiştir.

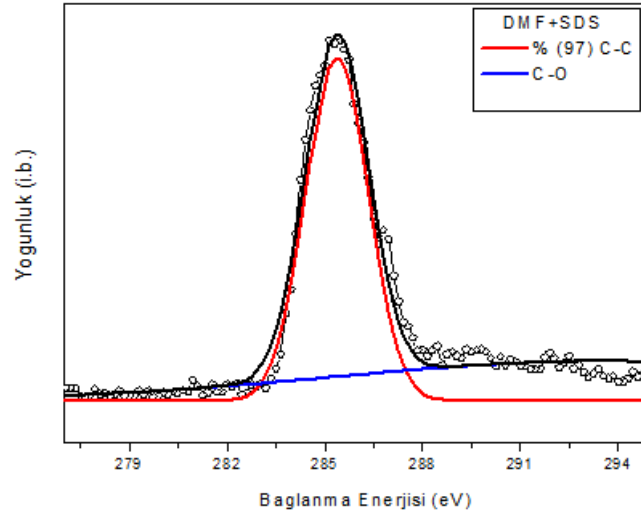
Raman spektroskopisi, çoğu malzemenin karakterizasyonu için yüksek verimli bir teknik olarak ortaya çıkmıştır. Grafen, raman spektroskopisi ile kolayca tanımlanabilmektedir. Aynı zamanda grafen tabakalarının kalitesinin analiz edilmesini ve kusurlarının bulunmasını da sağlayan hassas bir araçtır. Birkaç katmanlı grafen (FG) için 1350 cm^{-1} (D piki), 1580 cm^{-1} (G piki) ve 2714 cm^{-1} (2D piki) değerinde üç tepe noktası vardır. Bu sonuç eksfolasyon yönteminin başarılı bir şekilde yüksek kalitede FG ürettiğini doğrulamaktadır. Grafit malzemeler için en belirgin raman özellikleri şunlardır: 1350 cm^{-1} 'de tabakalardaki kusurlarla alakalı D bandı, 1580 cm^{-1} 'de sp^2 hibritleşmiş karbon atomlarının titreşimiyle ilgili G bandı ve yaklaşık 2700 cm^{-1} 'de iki fononlu kafes titreşim işleminin bir sonucu olarak oluşan 2D bandı bulunmaktadır. Bununla birlikte, grafenin en önemli parmak izi, $\sim 2700\text{ cm}^{-1}$ 'deki 2D tepe noktasıdır. Bu bilgiler doğrultusunda Şekil 7.1'e bakıldığında tüm pikler görülmüştür ve literatürle eşdeğerdir. Eksfolasyon yöntemiyle üretilen grafenler için yapılan araştırmalarda DMF en iyi solventler arasında ve SDS ise en iyi sürfektanlar arasındadır [75-77].



Şekil 7.1. SDS+DMF çözeltisiyle hazırlanmış grafenin raman spektroskopisi.

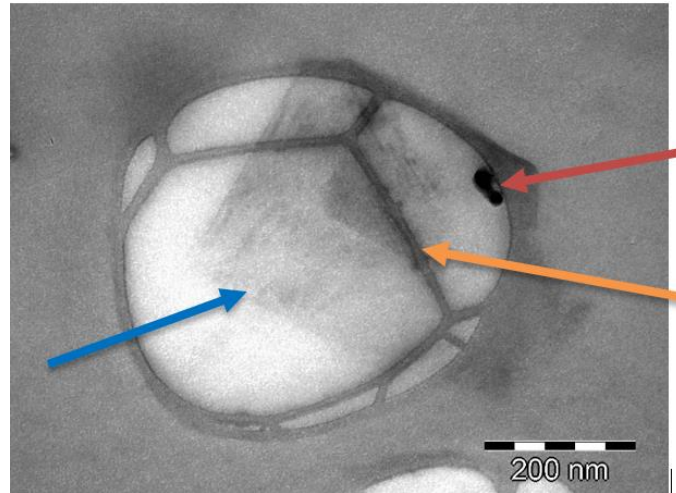
X-ışını foto elektron spektroskopisi; grafen nano tabakalardaki oksitlerin varlığını tespit etmek, element analizi yapmak ve grafen tabakalarının kalitesini karakterize etmek için en iyi karakterizasyon yöntemlerinden bir tanesidir. Şekil 7.2' deki XPS görüntüsüne bakılırsa yaklaşık

olarak 285 eV bağlanma enerjisi C-C bağlarını (kırmızı çizgi) ve yaklaşık olarak 286 eV bağlanma enerjisi ise C-O bağını (mavi çizgi) göstermektedir. DMF ve SDS çözeltisiyle elde edilen grafenin XPS görüntüsünde % 97 C-C bağ oranına sahip olduğu görülmektedir. Bu literatür araştırmaları dahilinde başarılı bir sonuç olarak görülmüştür [78,79].



Şekil 7.2. SDS+DMF ile üretilen grafen nano tabakaların X-ışını Foto Elektron Spektroskopisi.

Şekil 7.3'te görülen TEM görüntüsünde mavi okla gösterilen tabakanın kontrast farklılıklarından da anlaşılacağı üzere grafen olduğu söylenmektedir. Turuncu okla gösterilen alanda tabakalar üstüste gelmiş ve kontrast farkı oluşmuştur. Kırmızı okla gösterilen koyu renkli alanın kirlilik olduğu tahmin edilmektedir.



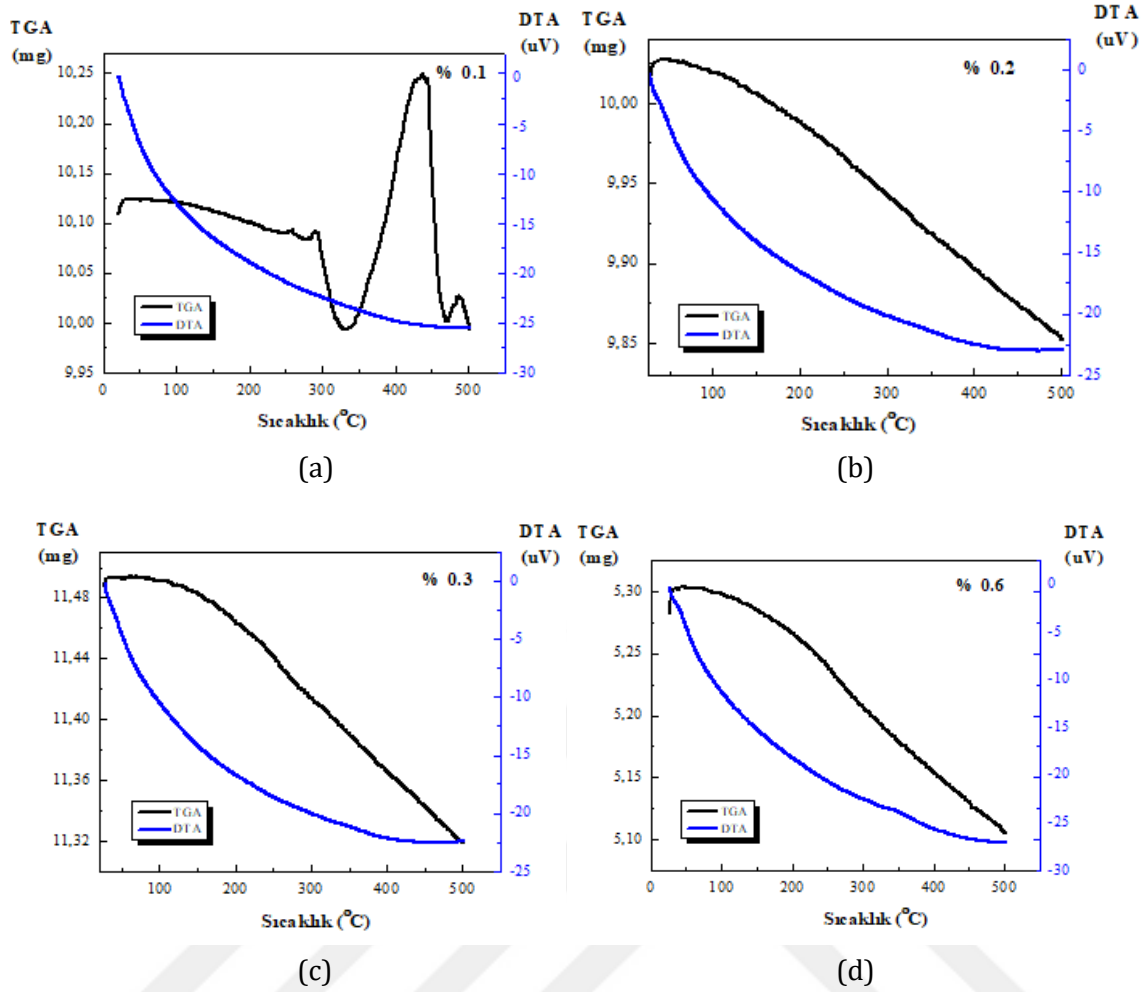
Şekil 7.3. Grafen nanotabakasının TEM görüntüsü.

7.2. Alüminyum Grafen Kompozitlerinin ve EKAP Uygulanmış Alüminyum Grafen Kompozitlerinin Mikroyapı İncelemeleri ve Karakterizasyonu

7.2.1. DTA ve TGA Testleri

Şekil 7.4' de görüldüğü gibi deneysel kısımda kodlanmış olan N1, N2, N3 ve N4 numunelerinin DTA ve TGA grafikleri verilmiştir. Bu çalışmada DTA-TGA testinin yapılma sebebi üretilen kompozit tozlarının sinterleme sırasında gösterecekleri davranışın tespiti içindir. Hatasız bir bulk malzeme elde edebilmek için iyi bir sinterleme ortamına ihtiyaç vardır. N1 numunesinde, kompozitlerin hava ortamındaki davranışlarını tespit edebilmek amacıyla DTA-TGA analizi normal atmosferde yapılmıştır. Diğer numunelerin ise DTA-TGA analizleri sinterlemede de kullanılan atmosfer olan yüksek saflıktaki argon atmosferinde yapılmıştır. Şekil 7.4 (a) grafiğine bakılacak olursa yani % 0.1 grafen takviyeli kompozitin TGA grafiğinde farklılık görülmektedir. Bu farklılık testin hava ortamında yapılmasından kaynaklanmaktadır. İlk etapta kütle kaybı yaşanmasının ardından 350-450 °C' ler arasında kütle artışı görülmektedir. Yaşanan ilk kütle kaybının sebebi toz içerisinde bulunan öğütme ajanlarının sıcaklığın etkisiyle süblimleşmesidir. Ardından kütle kazancının olması sebebi ise Al partiküllerinin O₂ molekülleriyle reaksiyona girerek Al₂O₃ oluşturmamasından dolayıdır. Diğer katkılı kompozit malzeme analizlerinde böyle bir duruma rastlanmamıştır. Çünkü N1 numunesinde kullanılan öğütme ajanları DTA-TGA analizinden sonra kullanılmamaya başlanmıştır. Bundan dolayı N2, N3 ve N4 numunelerinde kütle kaybı görülmemiştir. N1 dışındaki numunelerde kütle kazancı da söz konusu değildir. Çünkü numuneler argon atmosferi altında yapılmıştır. Ayrıca bu grafikler için katı hal faz geçişi, kristalizasyon ve bozunum olayları görülmemektedir. Bu Al grafen kompozitleri için beklenen bir durumdur. Deneylerde DTA-TGA analizleri 500 °C' ye kadar gerçekleştirilmiştir. Çünkü Al' nin ergime sıcaklığının altında bir sıcaklıkta çalışılmıştır.

Grafen/polistiren nanokompozit çalışan Patole ve arkadaşları: TGA eğrisi, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak zamanla ağırlıktaki değişimi (dW/dT) açıkça gösterdiğini dile getirmiştir. DTA zirvelerinin maksimum reaktif hızın sıcaklığını verdiğini dile getirmiştir [80]. Liu ve arkadaşları ise Al matrisli kompozitlere takviye etmek için bakır kaplı grafen tabakalarının sentezi üzerine çalışmıştır. TGA eğrisinde, Cu@GNS/Al kompozit tozlarının ağırlığının, sıcaklık 200 °C' ye ulaştığında, ilk önce arttığını tespit etmiştir. Bunun nedenini Al'ın havada oksidasyona uğradığına bağlamışlardır. Daha sonra, kompozit tozların ağırlığı, karbonun karbondioksit'e dönüşen oksijenle yanma reaksiyonu nedeniyle sıcaklığın artmasıyla ağırlığın azaldığını gözlemlemişlerdir [81]. Bu çalışmada % 0.1 grafen takviyeli kompozit malzeme haricinde argon atmosferi altında çalışıldığı için DTA eğrileri aynıdır ve azalma gözlemlenmektedir. 500 °C' ye kadar Al kararlı bir yapı göstermektedir. Bu analiz sonuçlarından sonra bu çalışma da üretilen tüm numuneler de öğütme ajanı kullanılmamış ve sinterleme işlemi argon atmosferinde yapılmıştır.



Şekil 7.4. (a) N1, (b) N2, (c) N3 ve (d) N4 numunelerinin DTA ve TGA grafikleri.

7.2.2. Yoğunluk Hesabı

Alüminyum matrisli grafen takviyeli kompozitlerin üretimi hakkında deneysel kısımda bilgi verilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin tam yoğunluğa ulaşması için soğuk olarak tekrar preslendiğinden bahsedilmiştir. Numuneler toz metalurjisi yöntemi ile üretildiği için bu yöntemin doğası gereği belli oranlarda gözenekler kalabilmektedir. Bu sebeple numunelerin 2 kez preslenmesi ve tekrar sinterlenmesi yapı içerisindeki gözenekliliğin azalmasını sağlamaktadır. Bununla numunelerin özelliklerini olumlu yönde etkileyeceği aşıkardır. Numunelerin yoğunlukları kompozit tozun preslenip sinterlenmesinden sonra ve bulk numunelerin 2. kez soğuk preslenip 2. kez sinterlenmesinden sonra hesaplanmıştır. Tablo 7.1' e bakılırsa saf numune ile N1, N2, N3 ve N4 kompozit malzemenin yoğunluk ölçümleri verilmiştir. Takviye oranı arttıkça yoğunlukta bir düşüş olduğu gözlemlenmiştir. Tozdan bulk numunelerin 2. kez soğuk preslenip sonra sinterlenmesiyle yoğunluğunun daha da arttığı görülmüştür. Bu durum literatürle eşdeğer nitelik taşımaktadır.

Li ve arkadaşları grafen nanotabaka takviyeli Al kompozitlerini incelemiştir. GNS/Al kompozitlerinin bağlı yoğunluğunun saf Al'den düşük olduğunu söylemiştir. Bunun nedeni, nano

GNS' lerin O, N, CO ve diğerleri gibi gaz elementlerini emebilmeleri şeklinde açıklanmıştır. Böylece hava boşluğunun artmasına neden olarak bağıl yoğunlukta azalmaya yol açmıştır. Bu nedenle, GNS içeriğinin artmasıyla birlikte, GNS/Al kompozitlerinin bağıl yoğunluklarında gözlenen hafif bir düşüş olmuştur. Khan ve arkadaşları da grafen nanotabaka takviyeli kompozit malzemeler hakkında çalışmıştır. Al' den daha hafif olan GNP' ler kompozitlerin yoğunluğunu azaltmıştır. Genel olarak, takviyelerin kompozitlere katılması yoğunluklarını azaltır yorumu yapılmıştır. Bağıl yoğunluğun azalmasının nedeni olarak, gözeneklilik ve takviye malzemesinin topaklanması gibi faktörlerden kaynaklandığı düşünülmüştür. GNP' lerin topaklaşması, ağırlıkça % 5 GNPs içeren kompozitlerde bulunmuştur. Bu, porozitenin varlığından ve kompozitlerin bağıl yoğunluğundaki azalmadan sorumlu tutulmuştur. Bizim çalışmamızla kıyaslayacak olursak: Şekil 7.4' te verilmiş olan DTA grafiklerinden de anlaşıldığı üzere bizim çalışmamızda oksitlenme görülmemiştir. Yoğunlukta azalmanın gözeneklerden veya topaklanan grafen nanotabakalardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Rashad ve arkadaşları da saf Al ve % 0.3 takviyeli grafen nanotabaka takviyeli kompozit malzemeleri kıyaslamıştır. Teorik hesaplamada saf Al yoğunluğunun GNP ilavesiyle azaldığını bulmuştur. Hem saf Al hem de kompozitin ölçülen deneysel yoğunluklarının, teorik yoğunluklardan şaşırtıcı derecede daha yüksek olduğunu bulmuştur. Al oksidin yoğunluğu, Al ve GNP' lerden daha yüksek olduğundan, deneysel yoğunluklar teorik yoğunluklardan biraz daha yüksektir yorumu yapılmıştır. GNP ilavesiyle deneysel yoğunluk azalmıştır. Kompozit malzemelerin saf Al' den daha düşük yoğunluğa sahip olduğunu tespit etmiştir. Nedeni olarak GNP' lerin yoğunluğunun saf Al yoğunluğundan düşük olması gösterilmiştir. Ayrıca yüksek sinterleme sıcaklığında, atomların difüzyonu daha kolaydır. Bu da kompozitin daha iyi sinterleme kabiliyetine yol açmaktadır. Sinterleme işlemi, kompozitin yoğunluğunu etkileyen nedenlerle kompozitin boyutlarını değiştirmektedir. Sinterleme ve plastik şekillendirme işlemlerinden sonra deneysel yoğunluklarda artış gözlemlenmiştir. Bunun nedeni olarak toz metalurjisi ile üretilen kompozit malzemeler içerisinde porozitelerin kalması gösterilmiştir. Grafenler bu poroziteleri doldurduğu için yoğunluk artışı gözlemlenmiştir [82,83,29].

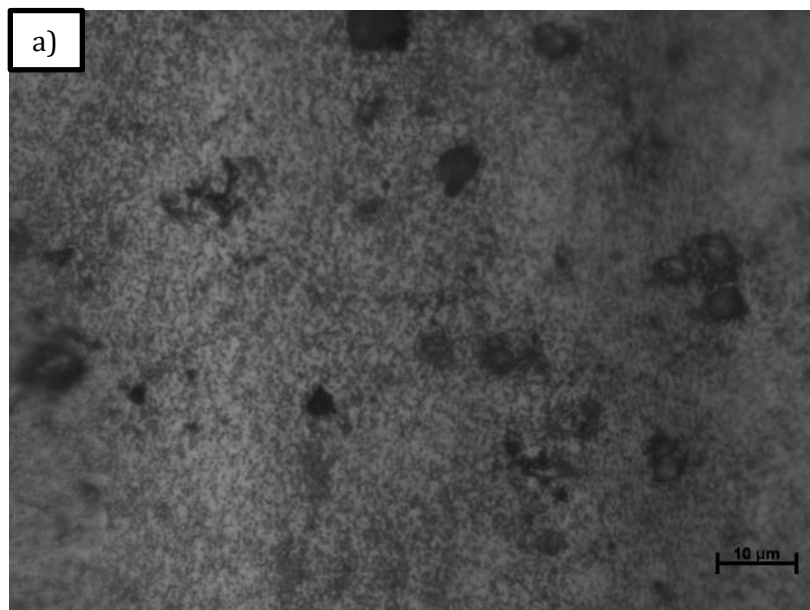
Tablo 7.1. Kompozit malzemenin yoğunlukları.

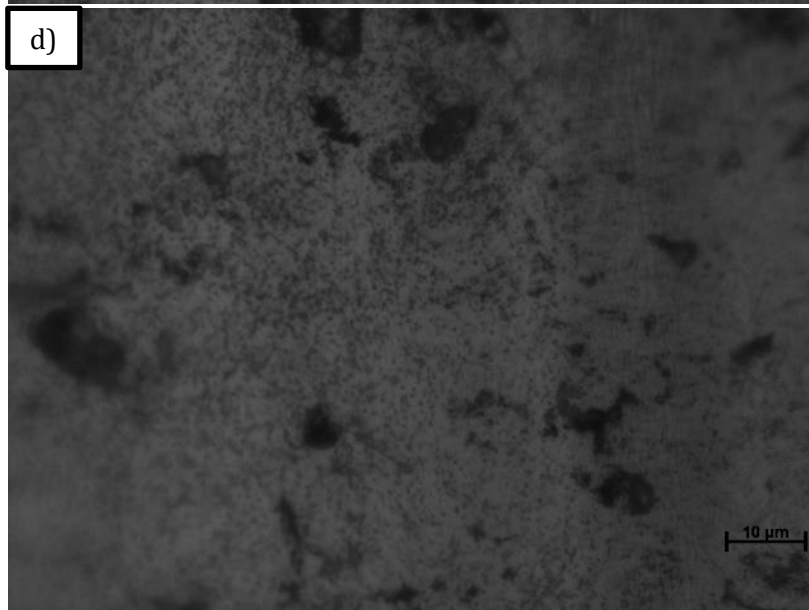
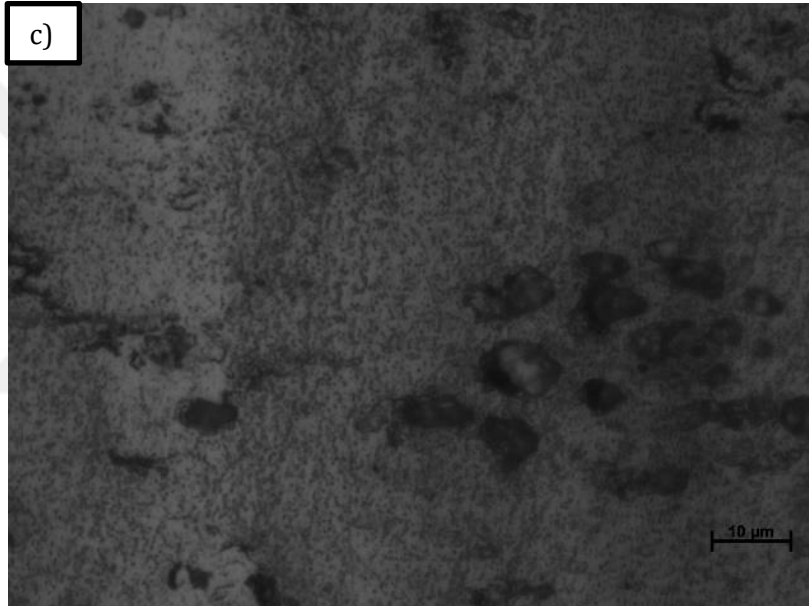
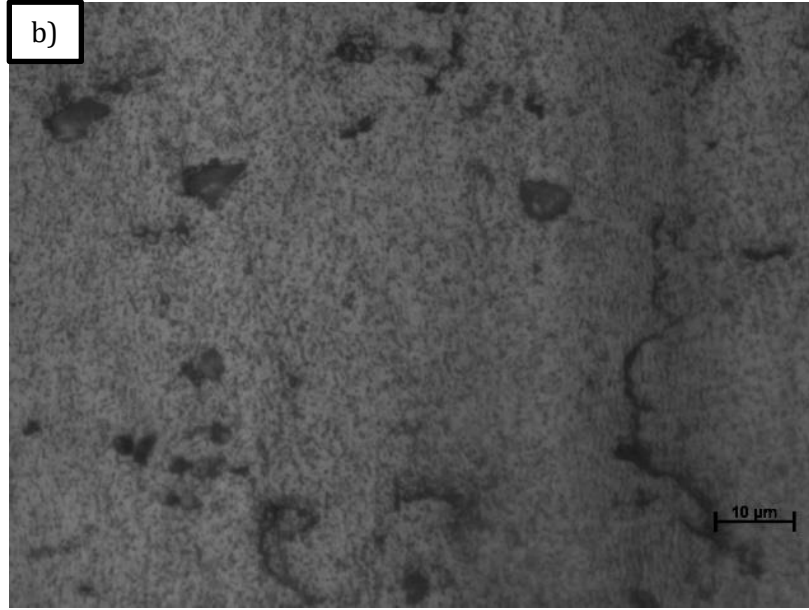
Grafen oranı	İlk presleme ve sinterleme sonucu	2. kez presleme ve sinterleme sonucu
Saf	2.49	2.63
N1	2.45	2.59
N2	2.42	2.55
N3	2.39	2.53
N4	2.32	2.52

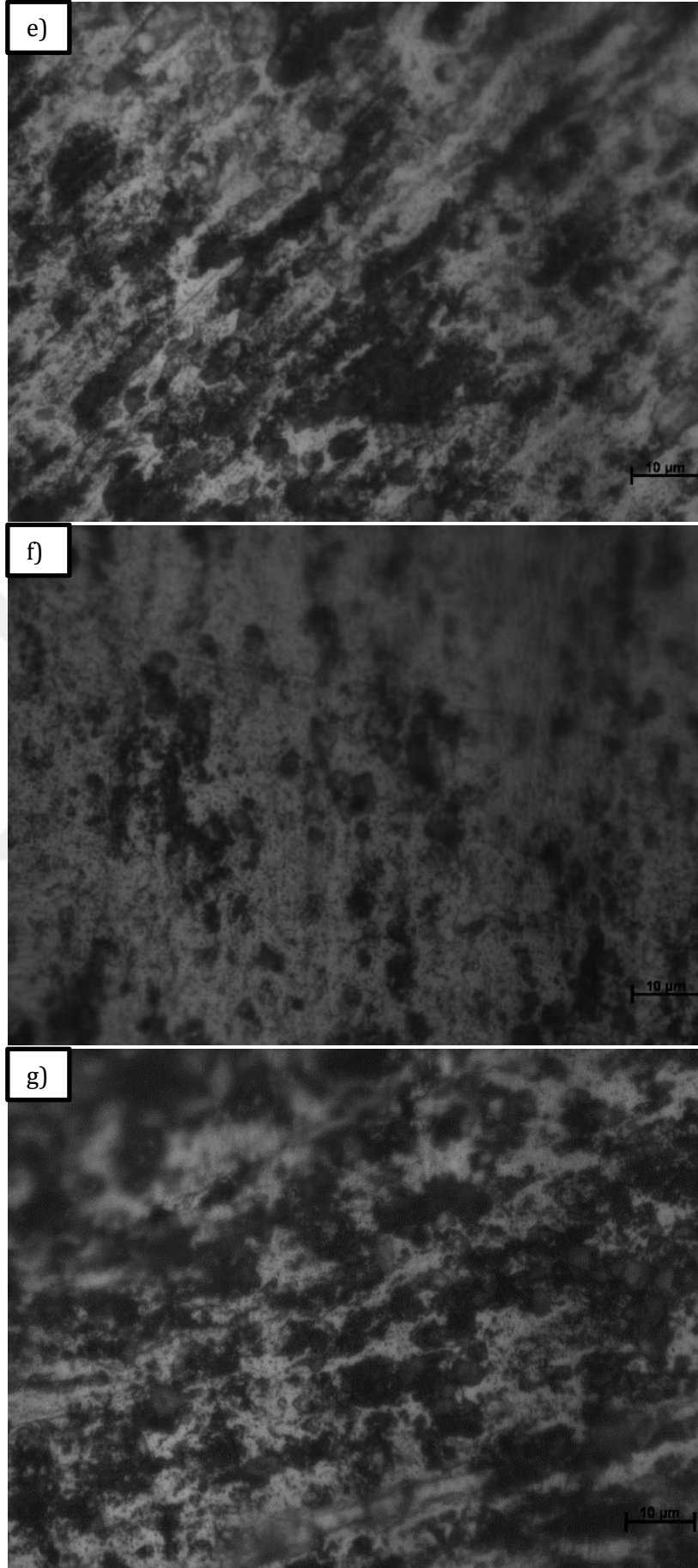
7.2.3. Optik ve SEM Görüntüleri

Şekil 7.5' te görüldüğü üzere Tablo 6.1' de verilen kodlara sahip numunelerin optik mikroskop görüntüleri bulunmaktadır. Her biri için 100x büyütme kullanılan N0, N1, N2, N3 ve N4 numunelerine bakıldığında yapı içerisinde açık bir şekilde tanelerin homojen olarak dağıldığı ve birbirine yakın büyüklüklerde olduğu gözlemlenmiştir. N5 ve N6 numunelerinde EKAP işlemi uygulandığı için mikro yapılarında tanelerin EKAP yönünde uzadığı ve tanelerde küçülmelerin meydana geldiği görülmektedir. Burada 2 önemli nokta vardır. İlki bilyalı öğütme sonucunda oluşan pul benzeri Al partikülleri EKAP işlemi ile birlikte EKAP' ın teorik kesme düzlemi boyunca uzamıştır. Diğer bir nokta ortalama parçacık boyutunun artan grafen içeriği ile azaldığıdır. Bu durum şöyle açıklanabilir. Artan grafen partiküllerin etrafını sararak bunların daha fazla büyümesine engel olmaktadır. Bu yüzden artan grafen miktarıyla Al partikül boyutları sınırlı seviyede kalmaktadır. Ayrıca grafen nanotabakalar yine Al partiküllerinin etrafını sardığı için öğütme sırasında bunların soğuk kaynaklaşmasını önlemektedir. Bu ise Al partiküllerinin büyümesine engel olan bir başka durumdur. Saf Al tozları için, toz boyutu bilyalı öğütmenin ilk aşamasında azalmıştır. Zaman geçtikçe soğuk kaynak yapılmış ve boyutları artmıştır. Bununla birlikte, grafenler soğuk kaynağa karşı bir engel olarak çalışabilmektedir. Sonuç olarak artan grafen içeriği toz boyutunu azaltmaktadır. Literatürü destekleyen görüntüler elde edilmiştir [68].

N5 ve N6 numuneleri ise EKAP işlemi gördüğü için; N0 ve N1 ile kıyaslanırsa mikro yapının daha karmaşık olduğu görülmektedir. N5 ve N6 numunelerinin optik mikroskop görüntüsünde tane sınırları yüzeyde belirgin değildir. Yapılan diğer çalışmalarda optik gözlemler, EKAP sırasındaki deformasyonun artmasıyla tanelerin incelendiğini göstermiştir. Literatürde kullanılan rotalara ve tekrarlanan pasolara göre optik mikro yapıda yüksek açılı tane sınırları, daha düzgün ve homojen olarak deforme olmuş taneler görüldüğü rapor edilmektedir [84,85].

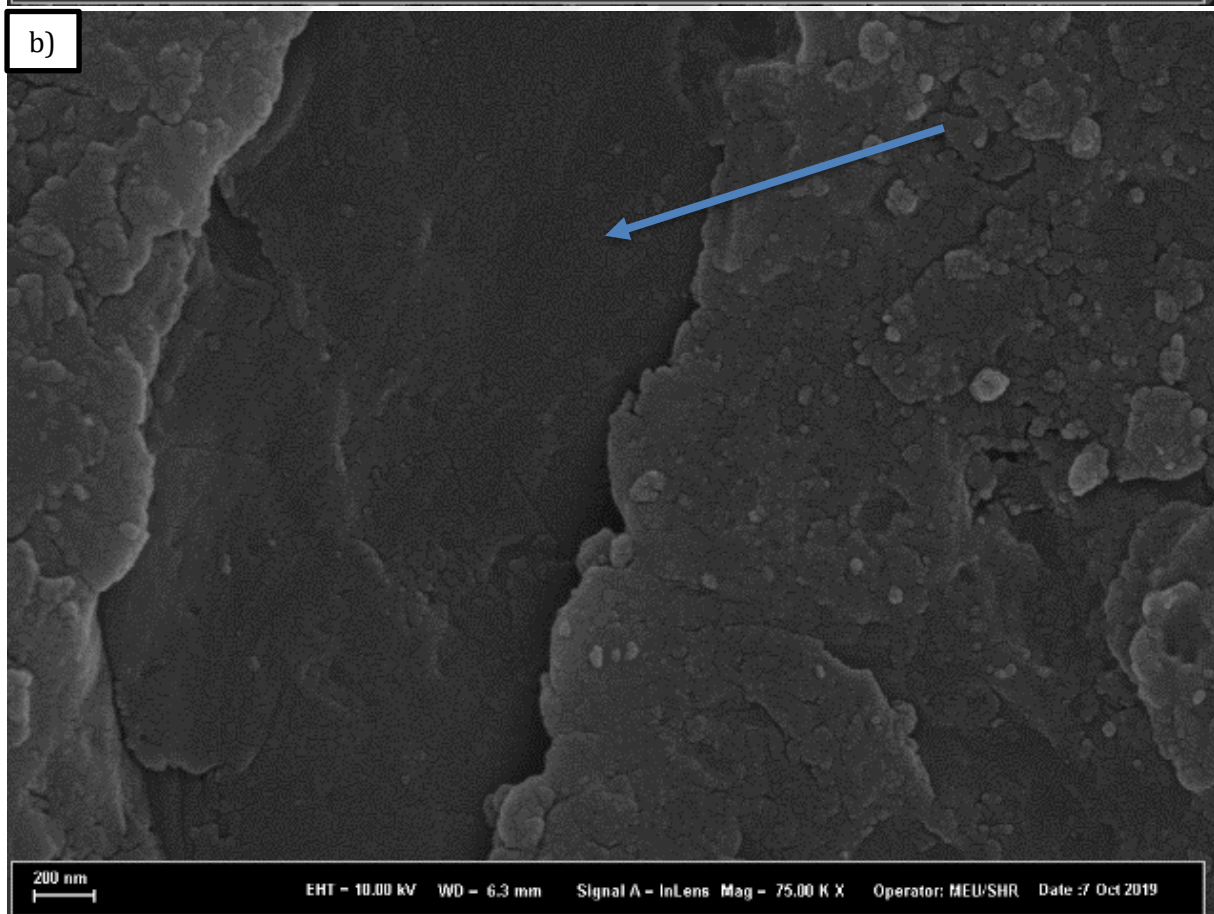
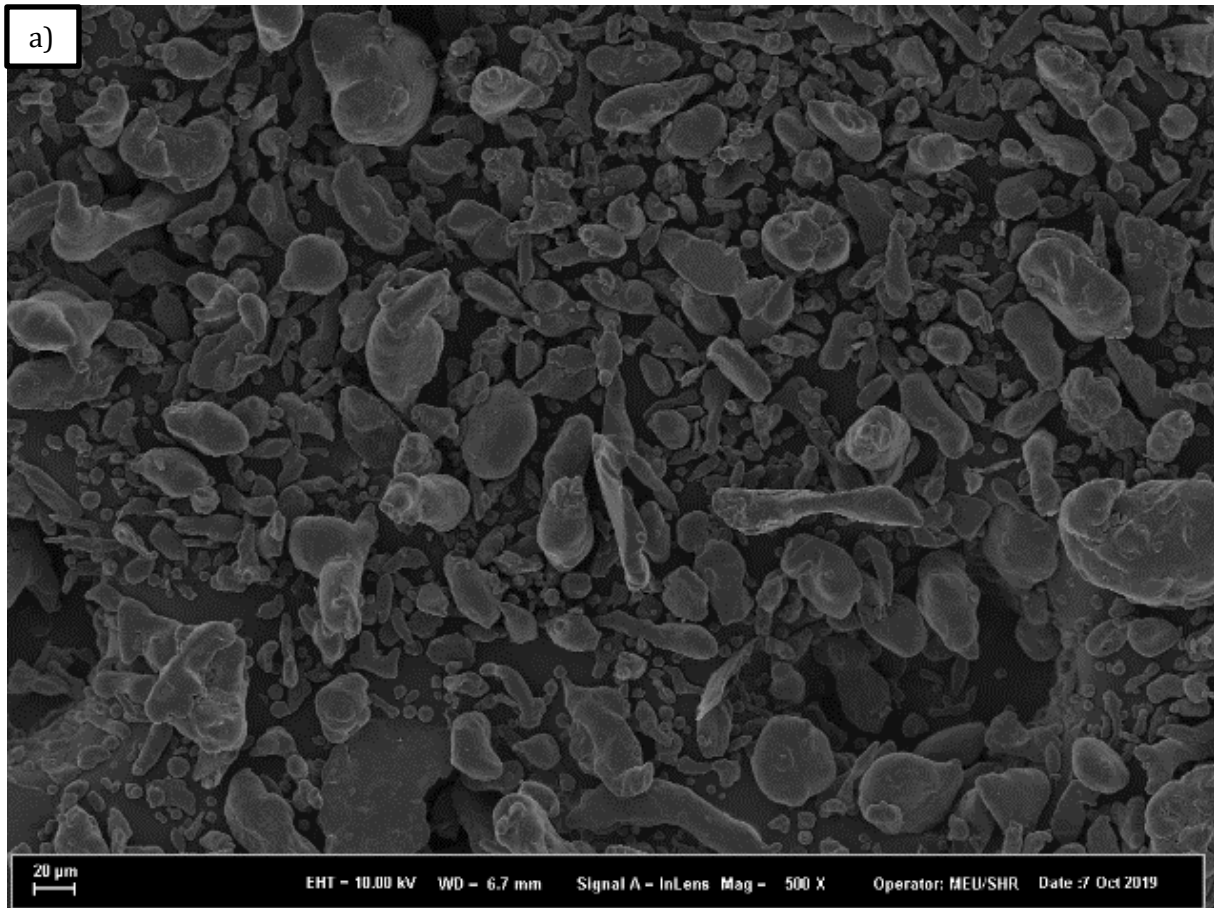


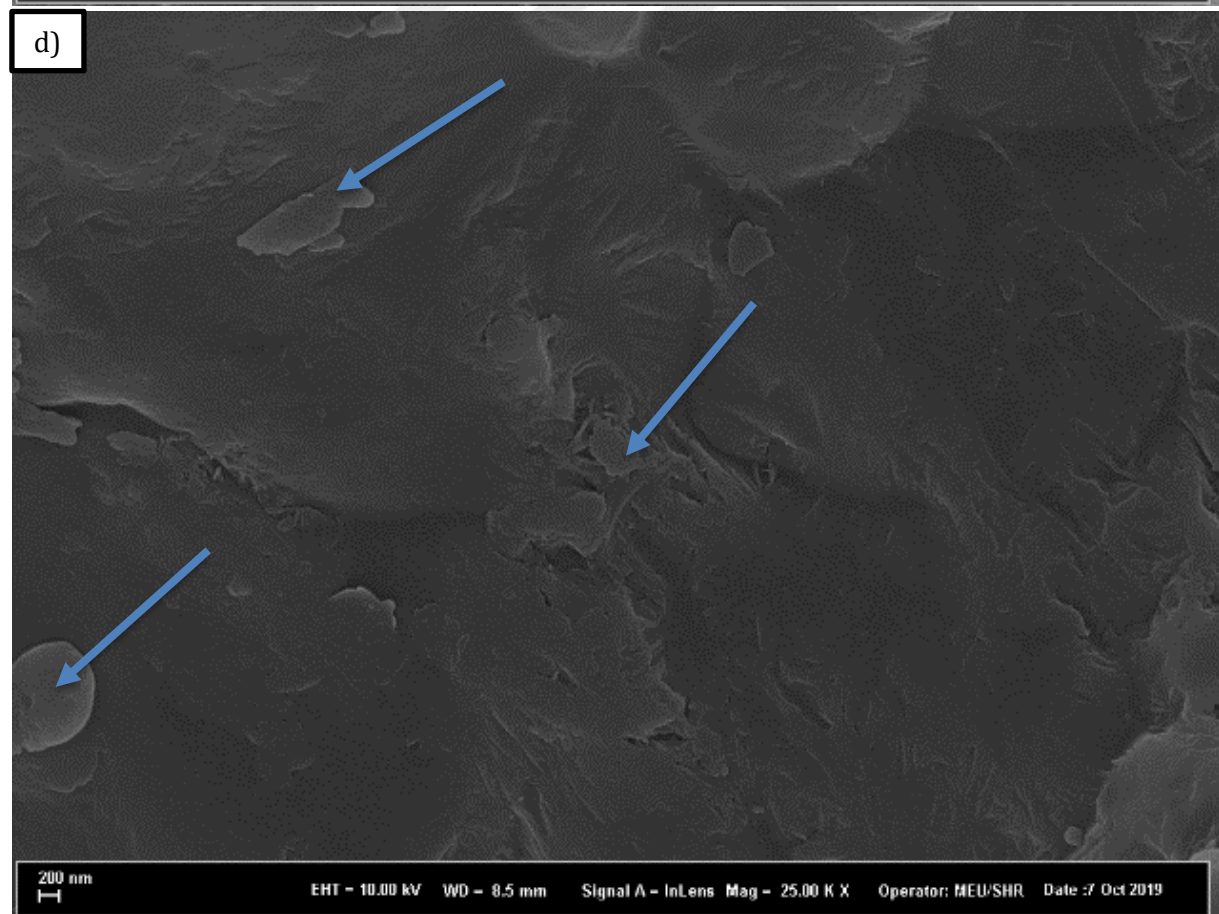


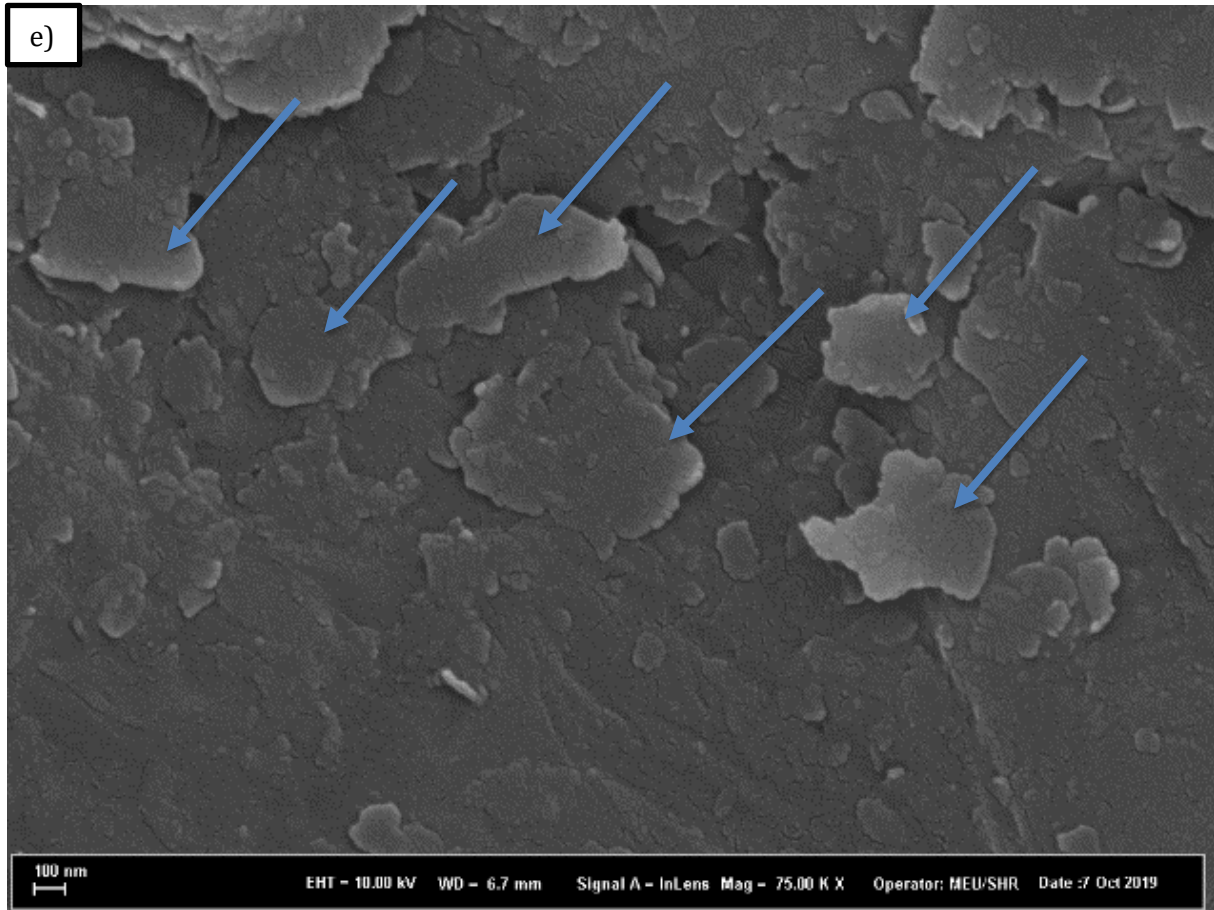


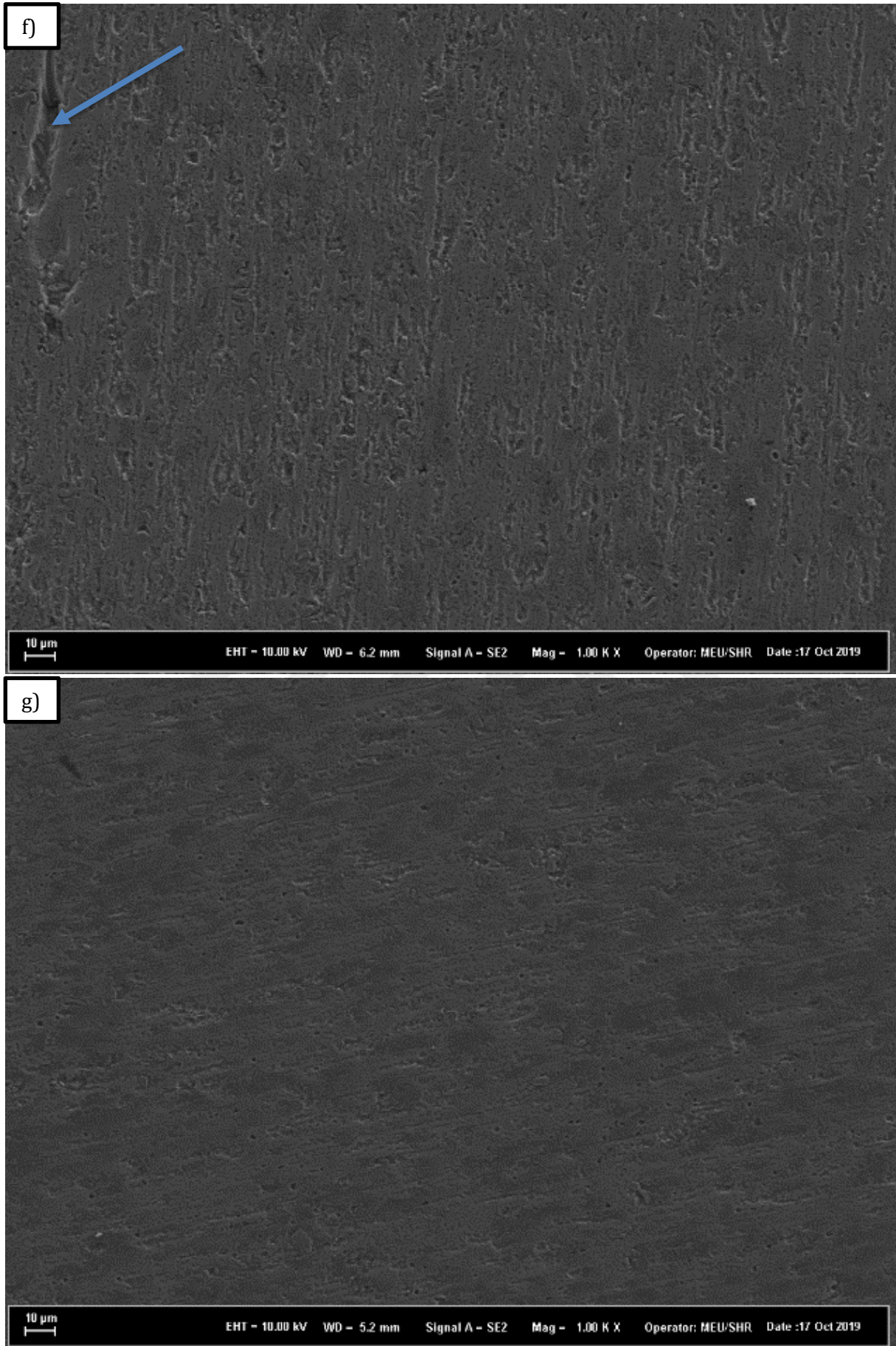
Şekil 7.5. a) N0, b) N1, c) N2, d) N3, e) N4, f) N5, g) N6 numunelerine ait optik mikroskop görüntüleri.

Şekil 7.6' da ise aynı numunelerin SEM görüntüleri verilmiştir. EKAP uygulanmamış N0, N1, N2, N3 ve N4 numuneleri incelendiğinde; N0 numunesinde öğütme işleminin etkisi ile partiküllerin küresel formdan levhasal forma dönüştüğü söylenebilir. Bilye darbelerinin etkisi ile gerçekleşmiş olan bu durum öğütme işleminin doğası gereğidir. Al matris içerisine takviye edilen grafenler matriste 3 şekilde dağılmıştır. 1) Bazı bölgelerde grafen tabakalar Al matrise gömülmüş şekildedir. Bu durum öğütme işlemi sırasında bilye darbeleri ile grafen tabakalarının yumuşak Al matrisine gömülmesi şeklinde açıklanabilir. 2) Bazı bölgelerde grafenler Al partiküllerinin veya tanelerinin etrafını sarmaktadırlar. 3) Artan grafen miktarı ile bazı numunelerin bazı bölgelerinde topaklanmış grafenler görülmüştür. Grafen miktarının artmasıyla matris içerisinde grafenlere daha çok rastlandığı görülmüştür. Dolayısıyla % 0.6 grafen oranına sahip N4 numunesinde grafen oranı en fazladır. Oklarla gösterilen grafenler yapı içerisine homojen bir şekilde dağılmıştır. Yapı içerisinde hala boşluklar olmasına karşın bunların miktarları oldukça azdır. Grafen nanotabakaların boyutları çok küçük olduğu için kompozitlerin SEM görüntüleri 75000x-100000x kadar büyütülerek alınmıştır. EKAP işlemi yapılmış olan N5 ve N6 numunelerinde ise, optik görüntülerde de görüldüğü gibi tanelerdeki yönelme bariz bir şekilde görülmüştür. Bunun yanında, EKAP gibi ciddi bir plastik deformasyon sayesinde taneler ile beraber grafen tabakalarının da aynı doğrultuda yönlendiği görülmüştür. Bu durum literatürde de doğrulanmaktadır. İşlem sırasında mikro çatlakların oluştuğu bazı bölgelere rastlanmıştır. Bu durumun sebebi; plastik deformasyon sırasında mikro boşlukların birleşerek daha büyük bir boşluğa dönüşmesinden dolayıdır. Yukarıda belirtildiği gibi numunelerin tane boyutlarından daha küçük oldukları ve yönelmelerin olduğu açıkça görülmektedir. Burada ilginç olan, EKAP prosesinin yeniden kristalleşme sıcaklığının üzerinde yapılmasına karşın (200 °C) tanelerde yeniden kristalleşmenin görülmemesidir. Tane sınırları ayrımları ve tanelerin yönelmesi net bir şekilde görülebilmektedir. EKAP işlemi ile ilgili diğer çalışmalar incelendiğinde, şekillendirme işlemi sonunda alınan mikroyapı görüntülerinin yapılan çalışma ile benzer özellikler gösterdiği ve yönelmelerin olduğu görülmüştür [68,86,87].









Şekil 7.6. a) N0, b) N1, c) N2, d) N3, e) N4, f) N5, g) N6 numunelerine ait SEM görüntüleri.

Şekil 7.7' de verilen görsel EKAP işlemi görmüş olan numunelerin görüntüleridir. Okla gösterilen numuneye EKAP uygulanmamıştır. Referans olarak alınarak diğer numunelerle kıyaslandığında EKAPlı numunelerin kalıp açısı nedeniyle yönlenmiş olduğu görülmektedir.



Şekil 7.7. a) N5, b) N6 numunelerine ait EKAP sonrası görüntüleri.

7.3. Alüminyum Grafen Kompozitlerinin ve EKAP Uygulanmış Alüminyum Grafen Kompozitlerinin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

7.3.1. Sertlik Testi

EKAP uygulanmış ve EKAP uygulanmamış Al matrisli grafen takviyeli kompozitlere mikro ve makro sertlik testleri yapılmıştır. Her numune için, yedi sertlik ölçümü kaydedilmiş ve sertlik değerlerinin ortalaması alınmıştır. Şekil 7.8' de verilen EKAP yapılmamış numuneleri ele alırsak; mikro sertlik değerlerinde % 0.3' e kadar bir artış olduğu ancak takviye oranının artmasıyla mikro sertlikte bir azalma olduğu gözlemlenmektedir. Artan grafen miktarıyla kompozitin mikro sertliğindeki artış beklenen bir durumdur. Çünkü grafenin elastisite modülü yaklaşık 1 TPa' dır. Bu derece yüksek elastisite modülüne sahip bir malzemenin takviye malzemesi olarak kullanılması kompozitin mukavemetini geliştirmiştir. En yüksek değer % 0.3 grafen katkılı kompozit malzeme de olduğu görülmüştür. % 0.6 grafen takviyesiyle mikro sertlik değeri düşmüştür. Bu durumun; grafen miktarının artmasıyla matriste iyi bir takviye dağılımı yapılamadığından ve topaklanmaların meydana gelmesinden kaynaklandığı tahmin edilmektedir.

Şekil 7.8' de verilen makro sertlik grafiğinde görüldüğü üzere takviye oranının artmasıyla sürekli bir artış olduğu gözlemlenmiştir. Diğer çalışmalar incelendiğinde Kumar ve arkadaşları Al6061 matrise % 0.2, % 0.4 ve % 0.6 takviyeli grafen kompozitinin sertlik değerinin değişimini incelemiştir. Sonucunda sertlik oranın % 0.4' e kadar arttığını ve takviye oranının arttıkça sertlik değerinde düşüş olduğunu gözlemlemiştir. Tabandeh-Khorshid ve arkadaşları ise grafen nanotabaka takviyeli alüminyum matrisli nanokompozitlerin tribolojik özelliklerini incelemiştir.

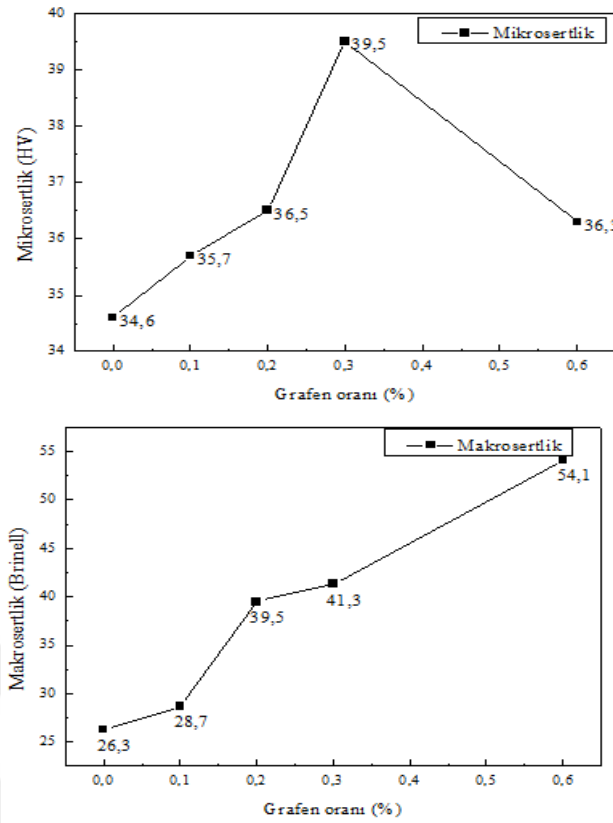
Bu araştırmada, % 0.1 ve % 1 oranlarında grafen nanotabaka takviye edilmiş Al matrisli nanokompozitler toz metalurjisi metodu ile sentezlenmiştir. Al ve grafen nanotabaka 500 rpm' de 6 saat öğütülmüştür. 6 saatlik öğütmeden sonra Al tozlarının büyüklüğü ve morfolojisi önemli ölçüde değişmiştir. Literatürde öğütme işlemi ile tozların partikül boyutunun azaldığı gösterilmiştir. Öğütülmüş kompozit tozlardan etanolü arındırmak için 135 °C' de 1 saat kurutulmuştur. Kurutulmuş tozlar; oda sıcaklığında 200 MPa ile soğuk presleme ve ardından 525 °C' de 500 MPa ile sıcak presleme işlemi ile birleştirilmiştir. 10 mm yüksekliğinde 25.4 mm çapında bir silindir üretilmiştir. Al matrise ağırlıkça % 1' den az grafen eklenerek metal matriste iyi bir grafen dağılımı elde edilmiştir. Bileşik numunelerin özellikleriyle karşılaştırmak için aynı yöntemle takviye yapılmamış saf Al da üretilmiştir. Mevcut araştırmada GNP' lerin miktarının Al matriste ağırlıkça % 1 ile sınırlı olduğunu belirtmek önemlidir. Bunun nedeni Al matristeki fazla miktarda grafenin matriste iyi bir takviye dağılımı göstermediği için zayıf mekanik özelliklere yol açmasıdır. Ayrıca GNP' lerin ağırlıkça % 1' in üzerindeki ilavelerinde kompozit malzemenin mekanik özellikleri, artan GNP ile birlikte önemli ölçüde azalmıştır. Bunun nedeni topaklanma ve takviyenin Al matrise uygun olmayan şekilde dağılmasıdır. Bu numunelerin sertlik ölçümleri Rockwell sertlik test cihazı kullanılarak incelenmiştir. Sertlik değerleri incelendiğinde; grafen içeriği % 0.1 ve % 1 olan Al matrisli kompozitlerin, saf Al' ye göre sertlik değerinde düşüş olduğu bulunmuştur [88,89].

Şekil 7.9' da gösterilen N5 ve N6 kodlarına sahip EKAP uygulanmış olan saf ve % 0.1 grafen takviyeli Al kompozit malzemelerin grafiğine bakılacak olursa; grafen takviyesi yapılmasıyla hem mikro hem makro sertlik değerlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar literatüre uygundur [85]. Aynı zamanda N0 ve N5 ile N1 ve N6 kompozitleri EKAP etkisinin görülmesi için karşılaştırılmıştır. Sonucunda beklendiği gibi EKAP uygulanmış olan numunelerde ciddi bir artış olduğu gözlemlenmiştir. N0 numunesinin mikro sertlik değeri % 34.6 HV iken aynı numunenin EKAP işlemine tabi tutulmasıyla % 33' lük bir artış görülmüştür. N1 numunesinin mikro sertlik değeri % 35.7 HV iken EKAP işlemine tabi tutulmasıyla % 45' lik bir artış gözlemlenmiştir. Bu numunelerin makro sertlik değerlerine bakılacak olursa N0 ve N1 numunelerine EKAP uygulanmasıyla sırasıyla % 159 ve % 140 artış olduğu saptanmıştır.

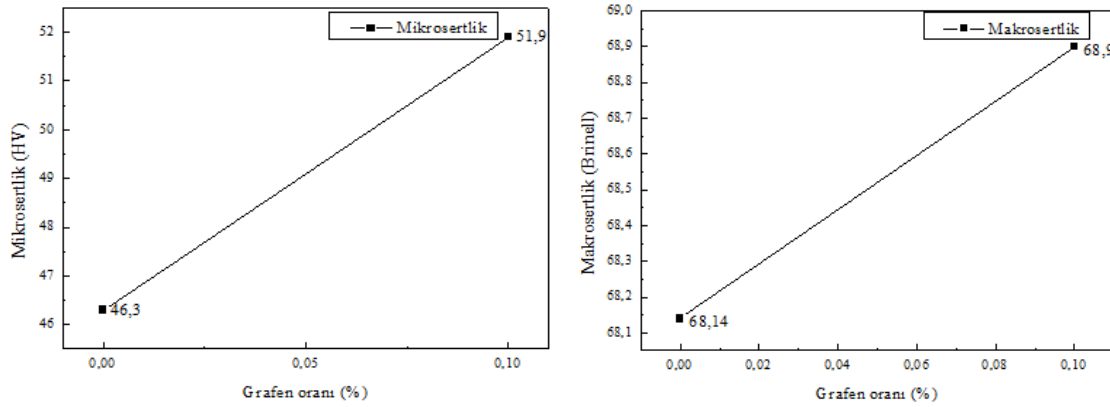
Benzer çalışmalar incelenirse: Kumar ve arkadaşları grafen takviyeli Al matrisli kompozitlere EKAP' ın etkisini araştırmıştır. Al' ye ağırlıkça % 2, % 3 ve % 4 oranlarında grafen ilavesi yapılmıştır. Karıştırma için özel olarak tasarlanmış bir bilyalı değirmen kullanılmıştır. Öğütme işlemi, toz karışımının homojenizasyonunu sağlamak için 200 rpm' lik bir dönme hızında 2 saat boyunca gerçekleştirilmiştir. Toz haline getirilmiş numune Al bir kutuya doldurulup preslenmiştir. Daha sonra kanal genişliği = 12 mm, kanal açısı = 120 ° ve köşe açısı = 20 ° olan kalıpla EKAP işlemi gerçekleştirilmiştir. Her numune bir geçiş için A rotasında basılmıştır. Çok amaçlı test cihazında zımba kullanılarak numune basma işlemi gerçekleştirilmiştir. Numuneler bölümlere kesilmiş ve test için hazırlanmıştır. Vickers sertliği EKAP numuneleri için mikro sertlik

test cihazı kullanılarak hesaplanmıştır. Geri basınç uygulanarak sertliğin arttığı yorumlanmaktadır. Numunenin sertliğinin grafen ağırlıkça % konsantrasyondaki artışla arttığı da gözlenmiştir. Azar ve arkadaşları da EKAP uygulanmış grafen nanotabaka (GNS) takviyeli Al matrisli kompozitleri incelemiştir. GNS' ler, 1 saat boyunca ultrasonik banyo kullanılarak (100 mL) etanol içinde dağıtılmıştır. Daha sonra ağırlıkça yüzde % 0.1, % 0.25, % 0.5 ve % 1 Al-GNS nanokompozitlerinin üretilmesi için Al tozları ile karıştırılmıştır. Karışım 4 saat boyunca 360 rpm' de 10: 1 top/toz oranına sahip bir yüksek enerjili bilyalı öğütme makinesinde karıştırılmıştır. Ayrıca herhangi bir oksidasyonu ve kontaminasyonu önlemek için bilyalı öğütmeye argon gazı verilmiştir. Sonunda bilyalı öğütülmüş karışım, Al-GNS tozlarını hazırlamak için 90 °C' de 19 saat boyunca bir vakumlu fırında kurutulmuştur. Hazırlanan karışımı birleştirmek için; karıştırılmış tozlar EKAP kalıbı kullanılarak basılmıştır. Çelik kalıp, $\Psi=20^\circ$ lik köşe eğriliği ile $\Phi=90^\circ$ lik bir açıyla kesişen yatay ve dikey kanallara sahiptir. Ayrıca, kalıp kanallarının yüksekliği ve çapı sırasıyla 126 mm ve 12.3 mm' dir. Tozları sıkıştırmadan önce numune ve kalıp 2 saat boyunca 200 °C' ye ulaşmak için ısıtılmıştır. Son olarak EKAP tarafından oluşturulan numuneler doğal olarak soğutulmuştur. GNS içeriğindeki artışta ağırlıkça % 0.25' e kadar mikro sertlikte belirgin bir artış görülmüştür. Ardından % 0.5 ve % 1 GNS oranları mikro sertlikte hızlı bir düşüşe neden olmuştur. Bu artış, matrisin bir takviyesi olarak iki boyutlu sert bir malzeme olan birkaç katlı grafenin olağanüstü mekanik özelliklerine bağlanabilir. GNS içeriğindeki artışla daha sonra meydana gelen mikrosertliğin düşmesi, muhtemelen gözeneklilikteki bir artıştan kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu nedenle, GNS oranında ağırlıkça % 0.25' in üzerine çıkılması; gözeneklilikteki bir artışa neden olmaktadır. Partikül sınırları boyunca GNS aglomeralarının oluşmasıyla takviye etkinliğinin azalması nedeniyle mekanik özelliklerin bozulmasına neden olduğu varsayılmaktadır. Saravanan ve arkadaşları ise karbon nanotüp (MWNT) takviyeli AA 4032 kompozitlere EKAP' ın etkisini incelemiştir. AA 4032 alaşımının elementel tozları, 30 saat boyunca tungsten karbür ortamı ile yüksek enerjili bilyalı değirmende öğütülmüştür. Saflaştırılmış MWNT' ler, bilya darbelerinden kaynaklanan MWNT' lerin çeperindeki hasarı azaltmak ve Al karbür oluşumunu önlemek için 29 saat öğütmenin sonunda AA 4032 alaşım tozları ile karıştırılmıştır. Tozlar, 12 mm çapında, 2 mm kalınlığında ve 60 mm yüksekliğinde alüminyum bir kılıf içinde saklanmıştır. Nanokristal tozlar EKAP işlemi kullanılarak birleştirilmiştir. EKAP'ta, kesişme açısı $\Psi=20^\circ$ ve $\Phi=90^\circ$ olan eşit kesitte eşit iki kanala sahip bir kalıp içinde numune basılmıştır. EKAP işlemi, BA güzergahını takiben oda sıcaklığında dört geçişe kadar gerçekleştirilmiştir. B yolu, numunenin her geçişten sonra boyuna eksen etrafında 90 derece döndürülmesidir. Rotasyon her zaman aynı yönde yapılırsa, buna BA yolu denmektedir. EKAP deneyleri oda sıcaklığında 1 mm/s piston hızında ve herhangi bir geri basınç uygulaması olmadan gerçekleştirilmiştir. EKAP kurulumunun tamamen yağlanması MoS₂ yağlama maddesi ile sağlanmıştır. Bu birleştirilmiş numuneler küçük parçalara kesilmiştir. Argon atmosferinde 480 °C' de 90 dakika sinterlenmiştir. Takviyesi yapılmış numunelerin sertlik değerleri 5 kg' lık bir yük

kullanılarak Vicker sertlik test cihazı ile ölçülmüştür. Sertlik değerlerinde artış olduğu görülmüştür. Sertlikteki bu artış nanoparçacıkların mikro parçacıklardan daha sert ve daha mukavemetli olmasına bağlanmaktadır. Teixeira ve arkadaşları Al-CNT kompozitlerinde EKAP etkisini incelemiştir. Al matristeki CNT varlığının etkisini araştırmak için iki örnek: Saf Al ve ağırlıkça % 0.75 tek katmanlı karbon nanotüp olan SWNT (Al+CNT) içeren Al hazırlanmıştır. CNT, ultrasonikasyona maruz bırakılarak 6 dakika boyunca izopropanol içinde dağıtılmıştır. Bundan sonra alkol-CNT süspansiyonuna Al tozu ilave edilmiştir. Sistem 3 dakika boyunca ultrasonikasyona maruz bırakılmıştır. Nihai süspansiyon, önceden ısıtılmış bir cam kaba aktarılmıştır. Alkolün tamamen buharlaştırılması için 2 saat boyunca 70 °C' de fırında tutulmuştur. Her iki toz da ön form elde etmek için (4.8x4.8x25) mm olan kare kesitli tek eksenli yük altında sıkıştırılmıştır. Sıkıştırma 400 MPa' da oda sıcaklığında dakikada 1.0 mm hızda gerçekleştirilmiştir. Sıkıştırılmış kütükler, geri basınçsız (ECAE) ve geri basınçlı (ECAE-BP) eşit kanal açılı ekstrüzyon ile takviye edilmiştir. Giriş kanalı ve çıkış kanalı (Φ) arasındaki açı 90°C' ye ve dış eğriliğin (Ψ) yay açısı 0 °C' ye eşittir. İşlem oda sıcaklığında (soğuk ekstrüzyon) ve dakikada 1.0 mm ekstrüzyon hızında gerçekleştirilmiştir. Numuneler, iki koşulda kanal içinde ekstrüde edilmiştir: bir geçişli ve diğeri üç geçişlidir. Üç geçişli numuneler için iki ekstrüzyon yolu da uygulanmıştır. Rota A' da, geçişler arasında hiçbir dönüş yoktur. BC rotasında ise her seferinde 90 ° ve daima aynı yönde dönmektedir. ECAE-BP işlemedeki geri basınç, deneysel olarak belirlenen ve takviye ilavesiyle daha iyi sonuçlar veren 65 MPa' da sabit tutulmuştur. Vickers sertlik testinde saf Al numuneleri, ECAE' nin basınçsız ilk geçişinden sonra numunenin sertliği % 65 oranında artmıştır ve bu artış, geri basınç kullanıldığında ~% 71'dir. 1 paso ECAE-BP geçişinden sonra CNT' li örnekler yaklaşık % 63 sertlik artışı göstermiştir. Bu miktar aynı koşullar altında işlenen saf Al ile karşılaştırıldığında, sertlik değerlerinin daha düşük olduğu gözlemlenmiştir [58,68,90,91].



Şekil 7.8. EKAP uygulanmamış N0, N1, N2, N3 ve N4 numunelerinin mikro ve makro sertlik grafikleri.



Şekil 7.9. EKAP uygulanmış N5 ve N6 numunelerinin mikro ve makro sertlik grafikleri.

7.3.2. Elektriksel İletkenlik Testi

Şekil 7.10' da N0, N1, N2, N3 ve N4 numunelerine ait elektriksel iletkenlik değerleri % IACS olarak verilmiştir. Üretilen numunelerin önce dirençleri ölçülmüştür. Aşağıdaki denklemlerde verilen eşitlikler ile öz-iletkenlik değerleri bulunmuştur.

$$\rho = R \times \left(\frac{A}{L}\right) \quad (1)$$

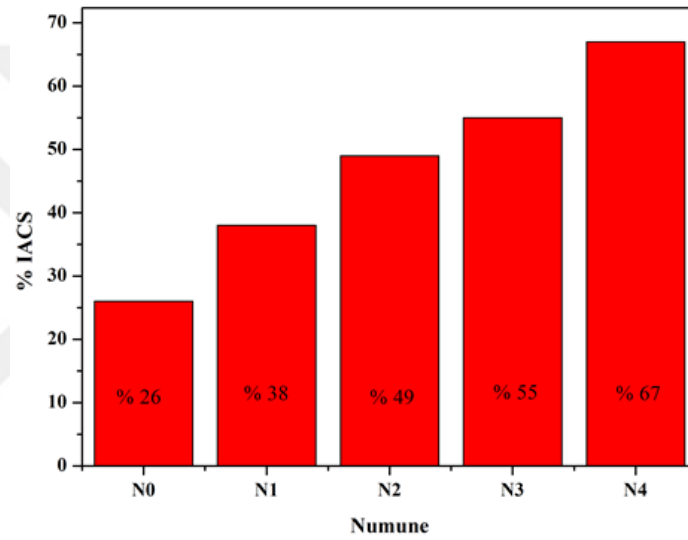
$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (2)$$

Denklemde, R direnci (ohm), ρ öz direnç, σ öz-iletkenliği (MS/m), L numunenin kalınlığı (m), A tesir kesit alanını (m²) temsil etmektedir. Daha sonra ise bu öz-iletkenlik değerleri % IACS'ye dönüştürülmüştür. % IACS (International Annealed Copper Standart) tam yoğun tavlanmış saf bakır öz-iletkenliğinin % 100 kabul edilmesi ile yapılan iletkenlik ölçüm standardı olup % 100 IACS = 58 MSiemens/m' dir [92].

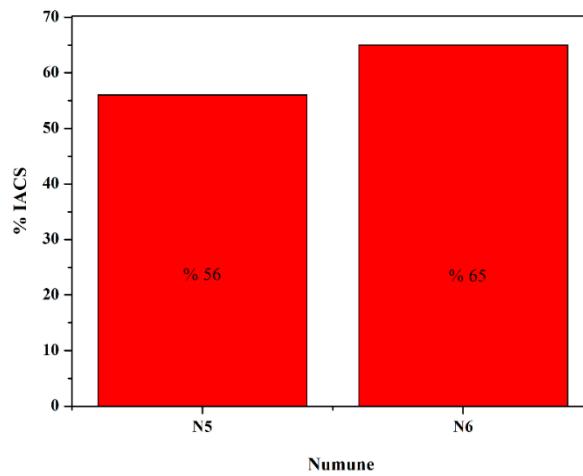
Şekil 7.10' da Al-grafen oranına göre iletkenlikteki değişim verilmiştir. Artan takviye oranı ile elektriksel iletkenlik değeri artmıştır. Saf Al' nin (N0) elektriksel iletkenlik değeri % 26 iken % 0,6 Al- grafen kompozitinde (N4) bu değer % 67' ye çıkmıştır. Şekil 7.11' de ise EKAP uygulanmış Al-grafen kompozitlerin elektriksel iletkenlik değerleri gösterilmiştir. Grafen oranının artmasıyla birlikte elektriksel iletkenlik değerinde de artış gözlemlenmiştir. Saf Al kompozitinin elektriksel iletkenlik değeri % 56 iken % 0.1 grafen takviyeli Al-grafen kompozitinin elektriksel iletkenlik değeri % 65' e çıkmıştır. EKAP yapılmış numunelerinin EKAP yapılmamış numunelere göre elektriksel iletkenliklerinin yüksek çıkmasının nedeni 2 sebepten dolayıdır. 1) Yapılan EKAP işlemiyle yapı içerisindeki boşlukların çoğu giderilmiş veya yüzeyde toplanmıştır. Buda iletkenliğin artmasına sebep olmuştur. 2) EKAP işleminden önce kompozit içerisinde gelişigüzel dağılmış grafenler EKAP işleminden sonra aynı doğrultuda yani EKAP doğrultusunda yönelmiştir. Buda o yönde elektriksel iletkenliğin artmasına sebep olmuştur. Grafen oranındaki artışla elektriksel iletkenliğin artması beklenen bir durumdur. Şekil 7.12' de ise EKAP uygulanmamış ve uygulanmış numunelerin elektriksel iletkenlik değerleri karşılaştırılmıştır. Saf Al ve % 0.1 grafen takviyeli Al kompozitinde EKAP işleminden sonra elektriksel iletkenlik değerleri artmıştır. N0 numunesinin elektriksel iletkenlik değeri % 26 iken EKAP işlemiyle N5 numunesinde bu değer % 56' ya yükselmiştir. N1 numunesinde ise % 38 olan bu değer EKAP etkisiyle N6 numunesinde % 65' e çıkmıştır. EKAP işlemi sonucunda ortaya çıkan bu durum benzer çalışmalarla eş değer sonuçları vermektedir.

Fan ve arkadaşları grafen nanotabakalı Al₂O₃ kompozitlerinin hazırlanmasını ve elektriksel özelliklerini incelemiştir. Bu çalışmada, azot atmosferinde 60 s' de 1000 °C' ye kadar ısıtılarak ticari genişletilebilir grafitin eksfoliye edilmesiyle başlanmıştır. Daha sonra genişletilmiş grafit, Al₂O₃ ile 30 saat boyunca planet değirmen kullanılarak öğütülmüştür. Dağıtma ortamı olarak N-metil-pirolidon (NMP) seçilmiştir. Bilyalı öğütmeden sonra, kompozit tozlar döner buharlaştırıcı ile kurutulmuştur. Sonunda artık çözücü 600 °C' de uzaklaştırılmıştır. GNS/Al₂O₃ tozunun örnekleri, 10 veya 20 mm iç çaplı bir grafit kalıba yerleştirilmiştir. Zimba ile toz arasına ve ayrıca kolay çıkarılması için toz ile kalıbın arasına bir grafit kağıt levhası yerleştirilmiştir. Tozlar vakum altında sinterlenmiştir. Bekletme süresi 3 dakika ve ısıtma hızı 140 K/dakika idi. 1000 °C' ye kadar tek eksenli bir 60 MPa basınç uygulanmıştır. Bekleme sırasında 1300 °C sıcaklıkta tutulmuştur. GNS içeriği hacimce % 3, % 3.5, % 4.5, %10 ve %15 olan örnekler için 8 mm uzunluğunda ve 2 x 1 mm kesitli bir kübik çubuk üzerindeki iletkenliği ölçmek için dört

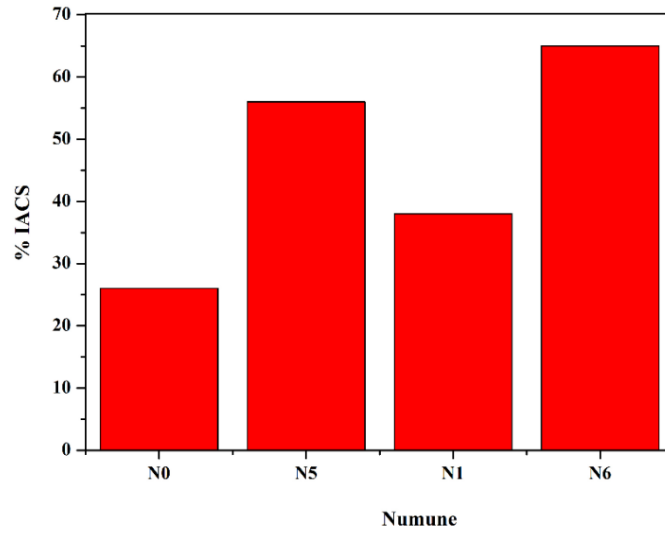
prob metodu kullanılmıştır. Deneysel sonuçlar saf Al_2O_3 'ün aşırı derecede düşük elektriksel iletkenliğe sahip bir yalıtkan olduğunu göstermiştir. Ancak elektriksel iletkenlik GNS içeriğinin artmasıyla keskin bir şekilde artmıştır. Yolshina ve arkadaşları ise Al-grafen ve Al-grafit metalik kompozit malzemelerin sentez ve özelliklerini incelemiştir. Deneyler için sıcaklık aralığı 973-1073 K seçilmiştir. Etkileşim sıcaklığı hem Al' nin (935 K) erime noktası altında seçilmiştir. Uygulama süresi 0.5 ile 5 saat arasında değişmiştir. Yüksek sıcaklığa maruz kaldıktan sonra sıvı Al soğutmaya alınmıştır. Testler uygulanmıştır. Grafen-Al kompozitinin elektriksel iletkenlik sonuçlarının iyi çıktığı dile getirilmiştir. Bu şekilde elde edilen metalik kompozitler 2.4 ila 2.5 arasında belirli yoğunluklara ve karakteristik bir metalik parlaklığa sahiptir. Aynı zamanda iyi elektrik iletkenliğine sahip olduğu söylenmiştir [93,94].



Şekil 7.10. EKAP uygulanmamış numunelerin takviye oranlarına göre elektriksel iletkenlikteki değişimleri.



Şekil 7.11. EKAP uygulanmış numunelerin takviye oranlarına göre elektriksel iletkenlikteki değişimleri.



Şekil 7.12. EKAP uygulanmamış ve uygulanmış numunelerin elektriksel iletkenlikteki değişimlerinin kıyaslanması.

Xu ve arkadaşları Al-karbon nanotüp kompozitlerinin üretimini ve elektriksel özelliklerini incelemiştir. Elde edilen malzeme esas olarak saf karbon nanotüpleri içermektedir. Ağırlık olarak % 1, % 4 ve % 10 karbon nanotüpleri ile 35 g Al tozu sırasıyla 30 dakikadan fazla bir süre öğütülerek homojen olarak karıştırılmıştır. Karışımlar, 30 dakikadan daha uzun bir süre boyunca 25 MPa basınç altında 793 K' de sıcak preslenmiştir. $\Phi = 40 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ büyüklüğündeki sıcak preslenmiş numuneler çeşitli ölçümler için parçalara bölünmüştür. Karbon nanotüp eklenmesi ile elektriksel dirençte hafif bir artış olmuştur. Teorik hesaplamalar, karbon nanotüplerin metal veya yarı iletkenlerin elektrik iletkenliğine sahip olduğunu tahmin etmektedir. Karbon nanotüplerin elektriksel direncinin deneysel ölçütleri, 10^{-6} ve $10^{-4} \Omega \text{cm}'$ lik bir elektrik direncini göstermiştir. Karbon nanotüpler, her durumda Al' dan daha düşük bir elektrik iletkenliğine sahiptir. Oda sıcaklığında elektrik direnci, Al' deki karbon nanotüplerin hacimsel fraksiyonunun artmasıyla hafifçe artmaktadır. Zhang ve arkadaşları ise grafen yüzey kimyasının polimetilmetakrilat (PMMA) kompozitlerin elektriksel özellikleri üzerine etkisini incelemiştir. Grafen/PMMA kompozitleri harmanlanarak hazırlanmıştır. Grafen tabakaları ilk önce ultrasonizasyon yardımı ile MDC çözücüsü içinde dağıtılmıştır. Elde edilen süspansiyon daha sonra mekanik karıştırma altında 4 saat boyunca PMMA ile karıştırılmıştır. Daha sonra cam plakalara dökülmüş ve çözücüyü tamamen buharlaştırmak için vakum altında kurutulmuştur. Elde edilen grafen/PMMA kompozitleri, 200 °C' de ölçümler için sıcak preslenmiştir. Grafen-13.2/PMMA kompozitleri, elektrik iletkenliğinde 12' den fazla büyüklük derecesinde çarpıcı bir artış göstermektedir. % 0.4 grafen ile $3.33 \times 10^{-14} \text{ S/m}'$ den, % 0.8 grafen ile $2.38 \times 10^{-2} \text{ S/m}'$ ye şeklindedir. İletkenlik % 2.67 hacimde 10 S/m' ye ve % 4.23 hacimde 20 S/m' ye ulaşmaktadır. Bu hızlı geçiş, birbirine bağlı bir grafen ağıнын oluşumunu göstermektedir [95,96].

7.3.3. Aşınma Testi

Bu çalışmada üretilen aşınma numuneleri belirlenen mesafelerde (50m-100m-150m) ve farklı yüklere (10N-20N-30N) maruz bırakılarak spesifik aşınma oranları aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır.

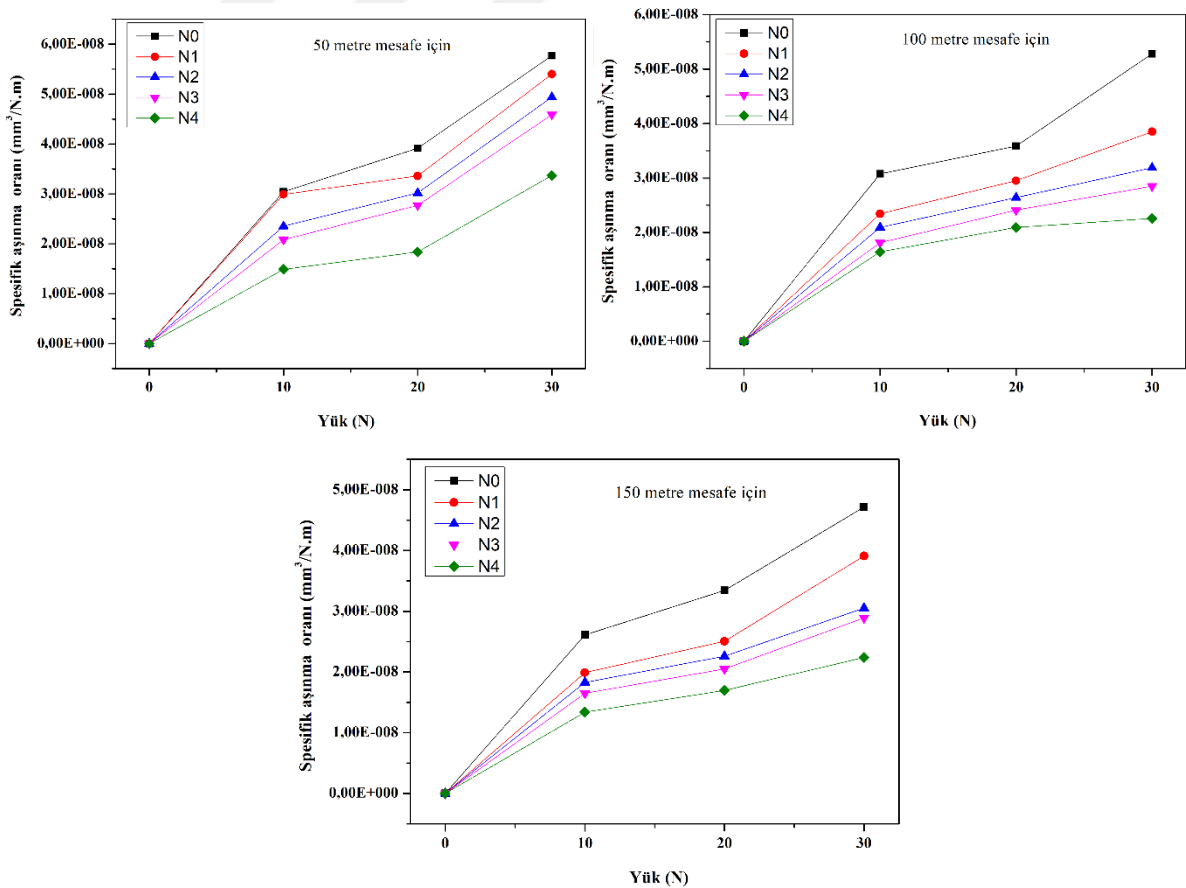
$$w_s = \left(\frac{w_v}{V_s F_n} \right)$$

Şekil 7.13' te verilen grafiklerde beklenildiği gibi grafen oranının artmasıyla numunelerdeki aşınma direnci artmıştır. Burada EKAP işlemi yapılmamış numuneler ele alınmıştır. Malzeme kaybının en fazla olduğu numune saf Al olan N0 numunesidir. Bunun sebebi takviye olarak herhangi bir katkı malzemesi konulmamasıdır. Dikkat edildiğinde malzeme içerisine eklenen grafen takviyelerin miktarına bağlı olarak, malzeme kaybı giderek azalmaktadır. Bunun nedeni grafenin yağlama özelliğinden dolayı, grafen miktarı arttıkça sürtünme katsayısının azalmasından kaynaklanmaktadır. Aynı zamanda genel olarak, daha yumuşak malzemeler daha sert malzemelere kıyasla daha düşük aşınma direncine sahiptir. Bizim çalışmamızda sertlik testleride gösterdi ki artan grafen miktarı ile kompozitin mukavemeti artmaktadır. Böylece en az malzeme kaybının en fazla grafen içeriğine sahip N4 numunesinde olduğu görülmektedir. Aynı zamanda yükün artmasıyla birlikte numunelerin aşınma oranlarında da artış olduğu belirlenmiştir. Benzer çalışmalarındaki sonuçlarla eş değer sonuçlar elde edilmiştir.

Ghazaly ve arkadaşları Al grafen kompozitlerini, toz metalurjisi tekniğini kullanarak farklı ağırlık yüzdelerinde (ağırlıkça % 0.5, % 3 ve % 5) sentezlemiştir. Al grafen kendinden yağlamalı nanokompozitlerin sentezlenmesi için 305 °C' de soğuk presleme ve sıcak ekstrüzyonun bir kombinasyonu kullanılmıştır. Çalışmalarında, grafen ağırlık yüzdesinin kendi kendini yağlayan nanokompozitlerin aşınma oranı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Sonuçlar, ağırlıkça % 3 grafenle takviye edilmiş kendinden yağlamalı kompozitin, takviye edilmemiş ve diğer grafen takviyeli kompozit bileşimlerine kıyasla en iyi tribolojik özelliklere sahip olduğu bulunmuştur. Tabandeh ve arkadaşları da Al matrisli grafen takviyeli kompozitler hakkında araştırma yapmıştır. Bu çalışmada % 0.1 ve % 1 oranlarında grafen nanotabaka (GNP) takviye edilmiş Al matrisli nanokompozitler toz metalurjisi metodu ile sentezlenmiştir. Aşınma test sonuçları; normal yükün artmasıyla numunelerin aşınma oranlarında artış olduğu şeklindedir. Ayrıca ağırlıkça % 1 GNP takviyeli kompozitin aşınma oranı saf Al' den daha fazladır. Çünkü belli bir grafen oranından sonra yapıda meydana gelen grafen topaklaşmaları önemli ölçüde artmaktadır. Ancak ağırlıkça % 1 GNP takviyeli kompozitin sertlik değeri saf Al' ye göre daha azdır. Ayrıca literatürde malzemelerin aşınma oranı ile sertliği arasında ters bir ilişki olduğu iyi bilinmektedir. Bu nedenle % 1' lik Al-GNP kompoziti diğer numunelere kıyasla en yüksek aşınma oranını göstermektedir. Ayrıca ağırlıkça % 1 Al-GNP' nin aşınma oranının, 5 ve 10 N yüklere kıyasla 15 N yükte çok daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu yüksek miktardaki aşınma oranının sürtünme katsayısı üzerinde

doğrudan bir etkisi vardır. Temas yüzeyleri arasındaki GNP miktarı arttıkça, arayüzeyde mevcut olan GNP' nin yağlama eğilimi nedeniyle sürtünme katsayısı azalmaktadır. Saf ve % 0.1 GNP takviyeli kompozit arasında ise saf olan numunenin daha çok aşındığı tespit edilmiştir.

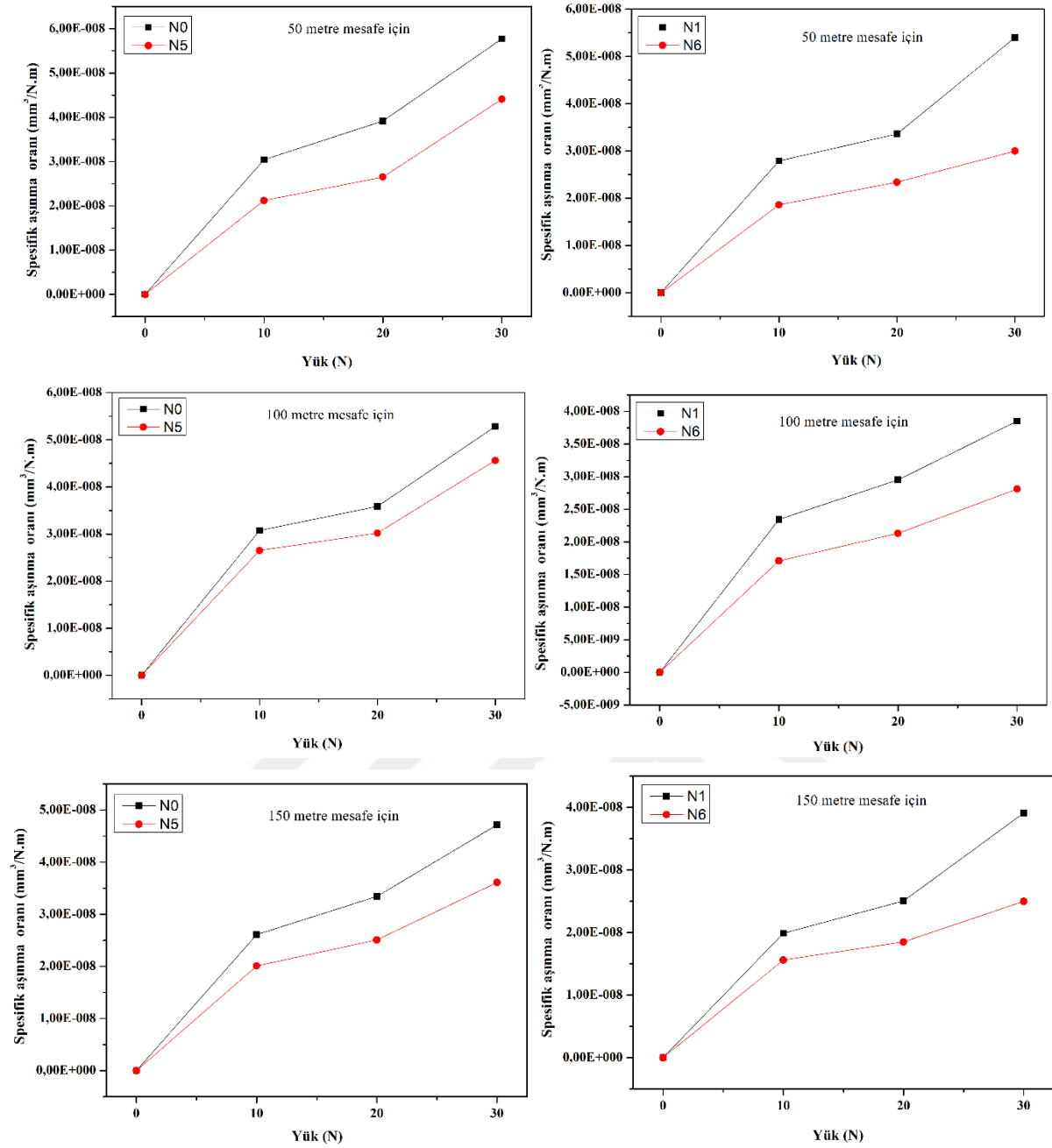
Radha ve arkadaşları ise AA6061' e silisyum karbür (SiC) ve grafen nano partiküller takviye etmiştir. AA6061' in mekanik ve aşınma özelliklerini incelemiştir. AA6061 çubuklar grafit potaya yerleştirilip 450 °C' ye gaz ocağı yardımıyla ısıtılmıştır. Ayrıca SiC ve % 0.3, % 0.5 ve % 0.7 oranlarında grafen partikülleri eklenmiştir. Numune kül fırını içerisinde 950 °C' de ayrı ayrı 1 saat 30 dakika bekletilmiştir. Daha sonra karışımın yarı katı halde tutulması için erime sıcaklığının hemen altına soğutulmaktadır. Aglomerasyon probleminin üstesinden gelmek için mekanik olarak 10 dakika boyunca 400 rpm karıştırma hızında karıştırılmıştır. Karışımın son aşamasında, fırın sıcaklığı 750 °C civarında kontrol edilmiştir. Al6061-SiC-grafen (% 0-% 0.7 arasında) kompozitine aşınma testi yapılmıştır. Test sabit zaman ve hız 100 rpm' de tutularak, yük aralığı 5N, 10N ve 15 N arasında değiştirilerek gerçekleştirilmiştir. Hafif aşınma koşulları altında kompozitin, Al' ye kıyasla daha düşük aşınma oranı ve sürtünme katsayısı gösterdiği bulunmuştur. Al SiC-grafen bileşiğinin sürtünme ve aşınma davranışının uygulanan yükten büyük ölçüde etkilendiği ortaya çıkmıştır. Sonuç olarak aşınma oranı ve sürtünme katsayısı, ağırlıkça % grafen arttıkça azalmaktadır [89,97,98].



Şekil 7.13. Kompozitlerin farklı yükler ve farklı aşınma mesafeleri için spesifik aşınma oranları.

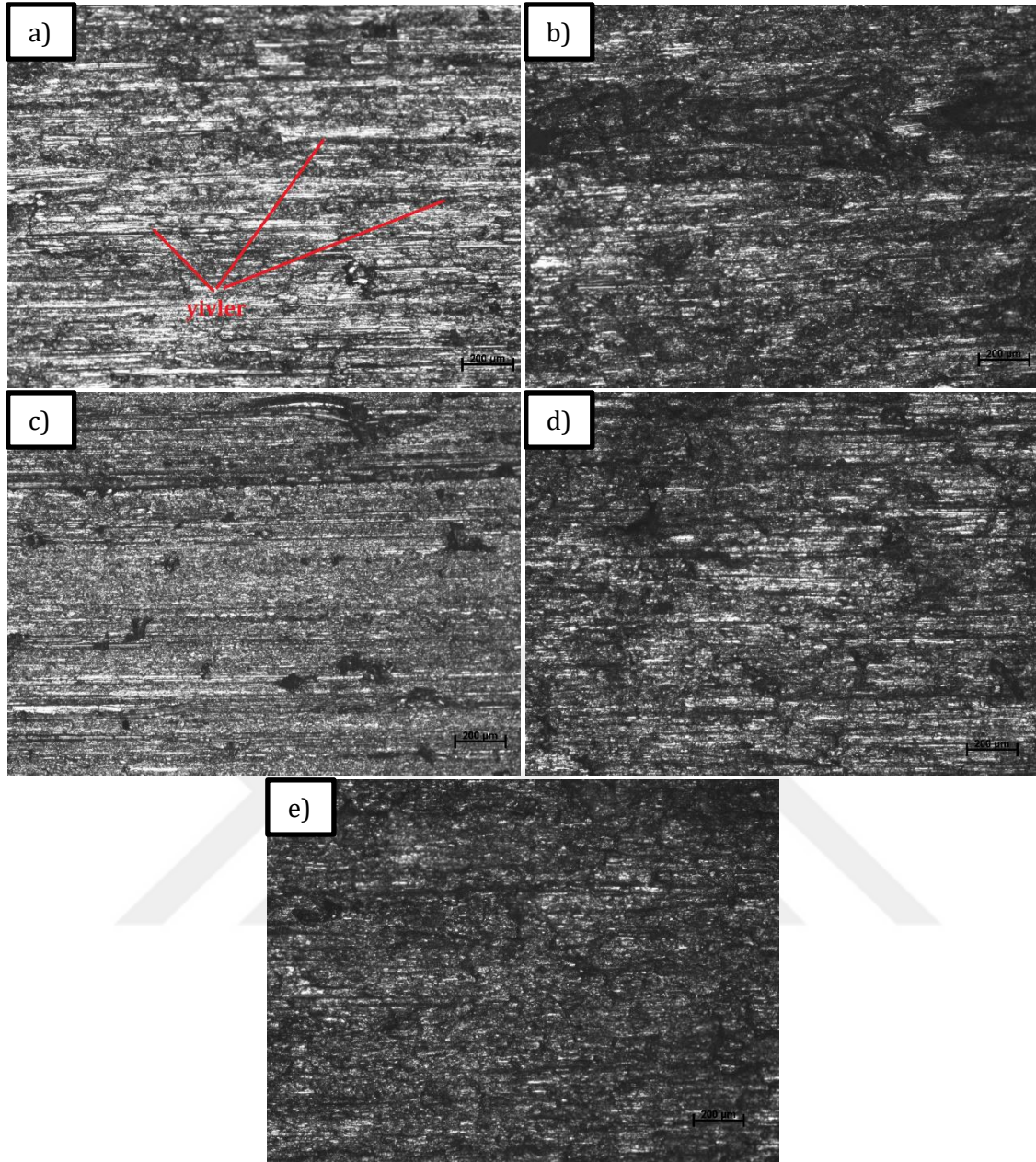
Şekil 7.14' de ise EKAP yapılmamış ve EKAP yapılmış saf ile % 0.1 grafen takviyeli kompozitlerin 50m, 100m ve 150m için karşılaştırılması verilmiştir. Saf Al' nin (N0) aşınma direncinin EKAP uygulandıktan sonra (N5) beklenildiği üzere arttığı gözlemlenmiştir. Yükün artmasıyla numunelerin aşınma oranlarında da artış olduğu görülmüştür. % 0.1 grafen katkılı kompozite (N1) EKAP uygulanmasıyla (N6) aşınma direncinin arttığı grafiklerde belirlenmiştir. Bu sonuçlar literatür çalışmaları incelendiğinde doğrulanmıştır. Aşınma direncinin EKAP' lı numunelerde artmasının 2 sebebi vardır. 1) EKAP uygulanmasıyla numunelerde tane küçülmesi ve dislokasyonların artmasıyla pekleşme gerçekleştiğinden aşınma direnci artmıştır. 2) Grafen takviyesi ve EKAP ile grafenlerin belli doğrultuda yönlenmesinden kaynaklı aşınma direnci artmıştır.

Haghighi ve arkadaşları Al-nano- Al_2O_3 kompozitinde EKAP ve ekstrüzyonun partikül dağılımına etkisini incelemiştir. Al_2O_3 takviyeli bir MMC yapmak için, ortalama parçacık büyüklüğü 35 nm olan % 99.9 saflıkta α Al_2O_3 tozu kullanılmıştır. Al' ye hacimce % 10 ve % 15 oranlarında Al_2O_3 takviyesi yapılmıştır. Daha sonra toz karışımlar, 5 mm çapında çelik bilya olan ve yaklaşık 500 dakika boyunca 400 rpm' lik dönme hızına sahip çelik bilyeli bir kap içinde saf etanol çözeltisine alınmıştır. Etanol tozdan uzaklaştırılmış ve sonra karışım 150 °C' de fırında 90 dakika kurutulmuştur. Bakır borular Al kompozit tozlarla doldurulmuştur. Basma işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra tüpler, 'BC' yolundaki farklı EKAP geçişleri için 200 °C' de EKAP' a tabi tutulmuştur. 'BC' güzergahında tüp her geçişten sonra aynı yönde 90 ° döndürülmüştür. EKAP kalıbının iç ve dış açısı ve kalıbın kesiti sırasıyla $\phi = 90^\circ$, $\psi = 20^\circ$ ve $\varphi = 13$ mm idi. Yıpranmış tozların bir kısmı, 200 MPa' da tek eksenli olarak preslenmiştir. Daha sonra sıkıştırılmış toz, 540 °C' de kontrollü bir atmosferde yaklaşık 60 dakika sinterlenmiştir. Aşınma testine tabi tutulmuştur. Pin-on-disk aşınma deneyleri için yaygın olarak kullanılan klasik bir yöntemdir. Bu çalışmada Al MMC pim olarak kullanılmış ve ısıtılma işlem görmüş 4041 çeliğe karşı sertliği 58 HRC' dir. Test parametreleri şunlardır: 10 N normal yük, 0.03 m s⁻¹ kayma hızı ve toplam kayma mesafesi 300 m' dir. EKAP' ın 4. geçişinden sonra ve 10 N yükte ve 300 m kayma mesafesindeki ekstrüzyondan sonra % 15 hacimli Al_2O_3 kompozitinin aşınma yüzeyi gösterilmiştir. Alümina partikülleri EKAPed örneğinde matriste homojen olarak dağıldığında, adezif alan ve büyük yivler kaybolmaktadır. Plastik deformasyondan, yüzeyden malzeme kaybından ve ayrıca bazı yivler oluşan ekstrüzyona tabi tutulmuş numuneye kıyasla daha yumuşak bir yüzey oluşmaktadır. Sonuçlar EKAPed numunelerinin dört geçişten sonra; ekstrüzyon numunelerine göre, parçacıkların daha iyi dağıldığını ve sırayla daha yüksek aşınma direncine sahip olduğunu göstermektedir [99].



Şekil 7.14. N0, N5 ve N1 N6 numunelerinin aşınma değerlerinin kıyaslanması.

Şekil 7.15' te N0, N1, N2, N3 ve N4 numunelerinin aşınma sonrası optik görüntüleri verilmiştir. Her biri için 200 μm ' de verilen görüntülerde 10N, 20N, 30N yük aralıkları için aşınmış yüzeylerde plastik deformasyona işaret eden izler gözlenmiştir. Şekilde gösterildiği gibi, kayma yönü boyunca N0 numunesinin yani takviyeli olmayan Al' un, aşınmış yüzeylerinde daha derin yivlerin olduğu görülmektedir. Uygulanan yükün artmasıyla aşınmış yüzeyde önemli miktarda plastik deformasyon meydana gelmiştir. Grafen takviyeli kompozitler de ise takviye edilmemiş Al' a kıyasla daha küçük boyutlarda çeşitli mikro ve makro yivler fark edilmiştir. Benzer çalışmalarda bu sonucu desteklemektedir [88].



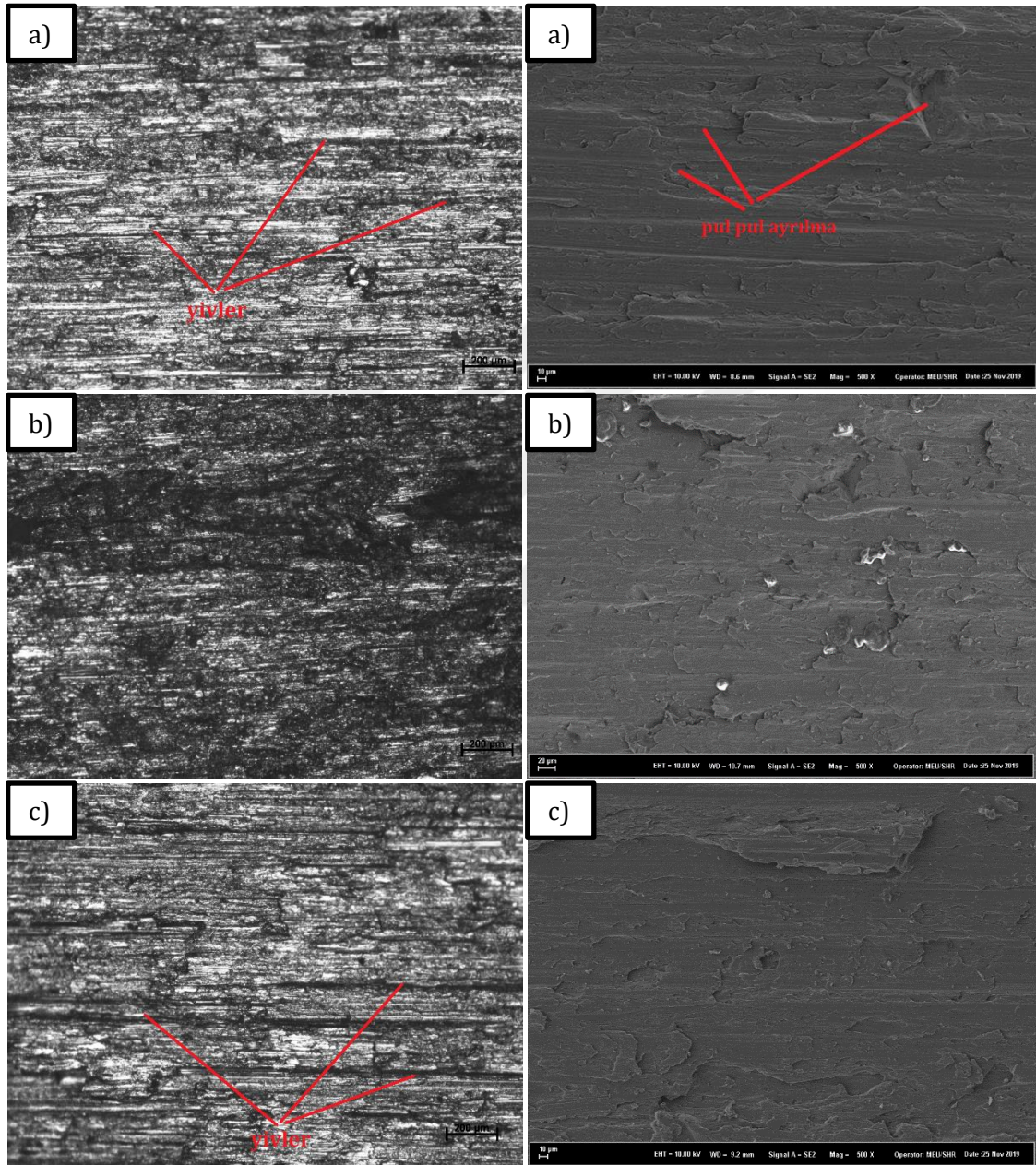
Şekil 7.15. a) N0, b) N1, c) N2, d) N3, e) N4 numunelerinin aşınma yüzeylerinin optik mikroskop görüntüleri.

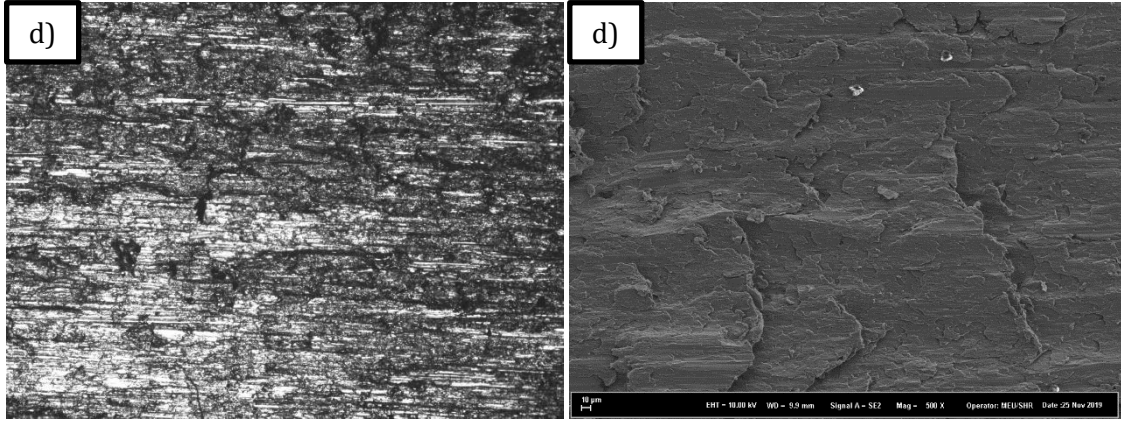
Şekil 7.16' da ise N0, N1, N5 ve N6 numunelerinin sırasıyla optik ve SEM görüntüleri karşılaştırılmak üzere verilmiştir. Şekil 7.16' da N0 kompozitinde yivleri, çatlak oluşumunu ve pul pul ayrılmaları gösteren saf Al' nin aşınma izleri görülmektedir. Aşınma izinin yüzeyi çatlak oluşumunu ortaya çıkarmıştır. Numune katkısız ve yumuşak bir malzeme olduğu için plastik deformasyonun etkisiyle mikro çatlaklar oluşmuştur. Bu mikro çatlaklar büyüyerek yüzey tabakasının ayrılmasına neden olmaktadır. Sonuç olarak, yüksek sürtünme katsayısı ve artan aşınma oranı ile malzemedan parçalar kopmuştur. Şekil 7.16 (b)' de verilmiş N1 kompozitinde ise % 0.1 grafen katkısıyla plastik deformasyonun hasar alanlarının daha küçük olduğu görülmüştür. Ayrıca bu aşınma işleminin tipik yivlere sahip olduğu ve SEM görüntüsünde numunelerden kopan

beyaz partiküller görülmektedir. Aşınma işlemi sırasında işlem dinamiğine bağlı olarak, grafen nanotabakalar ayrılır ve kırılır. Aşınma işleminden kaynaklanan metal parçacıkları ile birlikte temas arasında bir film oluşturmaktadır. Literatür çalışmalarında aşınma işlemi sırasında, grafen takviyeli kompozitte temasla birlikte arayüzeydeki sıcaklığın artmasına, sürtünme katsayısının ve aşınma oranının artmasına neden olmaktadır. Fakat bu durum diğer takviyeli (seramik benzeri takviyelerde) kompozitlere nazaran grafen takviyeli kompozitlerde daha az etkilidir. Çünkü grafenin ısı iletkenliği çok yüksektir ve sürtünme sırasında açığa çıkan ısıyı iyi bir şekilde iletmektedir. Buda aşınma direncinin diğer tip takviyelere göre daha sınırlı kalmasına neden olmaktadır [100,101].

N5 ve N6 kompozitleri incelendiğinde şiddetli plastik deformasyonla EKAP etkisinden kaynaklanan tanelerde yönelme görülmektedir. Elde edilen görüntüler çeşitli çalışmalarla da desteklenmektedir. Gao ve arkadaşları ECAE etkisini araştırmıştır. Bir geçişle ECAE sırasında ciddi plastik deformasyon meydana geldiğini ve iki geçişli ECAE' den sonra, alaşımın tane büyüklüğünün daha da azaldığını bulmuştur. Örnekler ECAE sırasında temelde basit bir kesmeye tabi tutulmaktadır. Düşük açılı sınırlar kayma düzlemleriyle kesilmektedir. Böylece geniş açılı sınırlara sahip bir mikro yapı oluşmaktadır. Sonuç olarak, tane büyüklüğü geçiş sayısının artmasıyla birlikte giderek azaldığı kanısına varılmıştır. Ramu ve arkadaşları ise Al-SiCp kompozitleriyle çalışmıştır. EKAPed etkisiyle önemli derecede tane incelendiğini gözlemlemiştir. Thiyaneshwaran ve arkadaşları da ECAE işleminden sonra alaşımın aşınma direncinin arttığını tespit etmiştir. Bunun nedenini, ultra ince tanelerin oluşumuna ve homojen dağılıma bağlamıştır. ECAE' den önce numune için aşınma mekanizmasının, yüzeydeki bazı ayrılmış tabakaların aşındırıcı olduğu bulunmuştur. Ayrılmış tabakalar esas olarak kayma sırasındaki yüzeyde yüksek plastik gerilme nedeniyle yüzeyin altında oluşan çatlaklardan kaynaklanmaktadır. Yüzeydeki bu ayrılmış tabakalardan dolayı bazı yivler oluşmaktadır. Çatlakların büyümesi, malzeme içindeki kusur veya kusurlarla kolaylaşmıştır. Sınırlandırılmış aşınma parçacıkları kayma yönüne paralel görülmüştür. ECAE ile işlemenin Al 5083 alaşımının mekanik ve aşınma özelliklerini arttırdığı sonucuna varılmıştır. Mekanik ve aşınma özelliklerinde meydana gelen gelişme, alaşımın yüksek dayanım gerektiren çeşitli mühendislik uygulamalarında kullanılmasını mümkün kılmıştır. Bongale ve arkadaşları da benzer olarak her EKAP geçişinden sonra numunelerde önemli miktarda tane inceltme olduğunu tespit etmiştir. EKAP kalıbından üç geçişin ardından numunenin tane büyüklüğünün 75 μm ' den 36 μm ' ye düştüğünü rapor etmiştir. Wang ve arkadaşları SEM çalışmasında, tüm numunelerin aşınmış yüzeylerinin morfolojilerinin makul derecede benzer olduğunu bulmuştur. Test edilen tüm numuneler, numunelerden kopuk hale gelen çok beyaz döküntüler gibi kanıtlarla istisnai derecede aşınma sergilediğini dile getirmiştir. Numunelerin aşınmış yüzeylerinin görünümünün bakır, alüminyum ve altın gibi yumuşak ve sünek malzemeler için tipik olduğu bildirilmiştir.

Derakhshandeh ve Chegini arkadaşlarıyla yaptığı çalışmalarda EKAP etkisini araştırmıştır. Plastik deformasyondan ve yüzeyden malzeme ayrılmasından ve ayrıca mikro yapıdaki yüksek gözeneklilikten dolayı bazı yivlerden oluştuğunu rapor etmiştir. Aşınmış yüzeylerin, yapışma bölgelerinin, kayma yönü boyunca plastik deformasyon bantlarının ve ayrılmış tabakaların bir kombinasyonundan oluştuğunu dile getirmiştir. Yapılan tüm çalışmalar benzer olarak EKAP etkisinin tane incelttiğini vurgulamıştır [102-108].

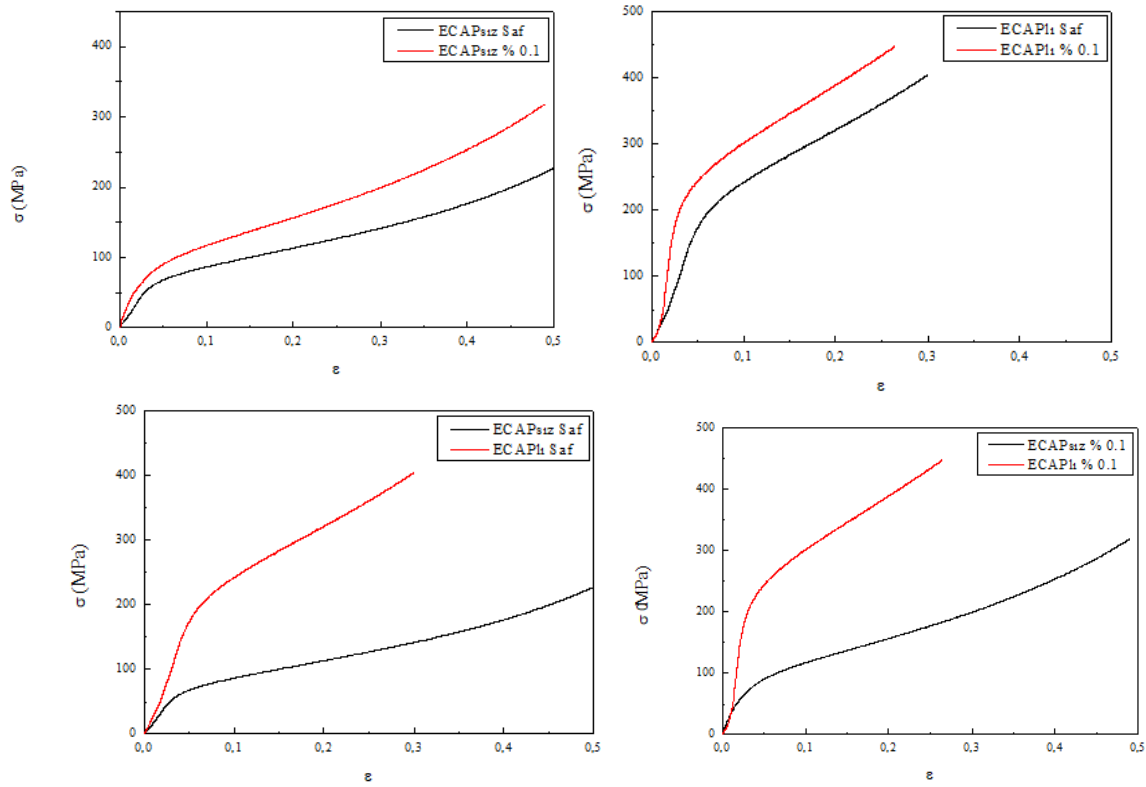




Şekil 7.16. a) N0, b) N1, c) N5, d) N6 numunelerinin aşınma yüzeylerinin sırasıyla optik ve SEM görüntüleri.

7.3.4. Basma Testi

Şekil 7.17’ de saf ve % 0.1 grafen takviyeli Al matrisli kompozitin EKAPsız ve EKAPlı işlemlerin basma testi sonuçları verilmiştir. EKAP işlemi uygulanmamış % 0.1 grafen takviyeli kompozitin saf numuneye göre akma ve çekme mukavemetinde artış meydana gelirken sünekliğinde azalma olmuştur. Grafen takviyesiyle mukavemette artış meydana gelmesi beklenen bir durumdur. Sertlik sonuçları da bu durumu desteklemektedir. Saf ve % 0.1 grafen takviyeli Al matrisli kompozitlere EKAP işlemi uygulanmasıyla mukavemette ciddi bir artış olduğu görülmüştür. Bu artışın nedeni: 1) EKAP prosesi ile birlikte Al’ nin tanelerinde bir yönlenme meydana gelmesi, 2) Al tanelerinin incilmesi, 3) yapı içinde bulunan ve toz metalurjisinden kaynaklanan porozitelerin EKAP ile minimuma indirilmesi, 4) grafenin matris içerisinde EKAP doğrultusunda yönlenmesi ve 5) EKAP ile matriste meydana gelen pekleşmeye bağlanabilir. EKAPlı numunelerde göze çarpan bir başka durum ise EKAPla birlikte mukavemet artmasına karşın süneklikte aynı derece de bir azalma gerçekleşmemektedir. Bu durumun sebebi; EKAP prosesinin 200 °C gibi bir sıcaklıkta gerçekleştiğinden dolayı kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer çalışmalarda eşdeğer sonuçlar bulunmuştur.



Şekil 7.17. Saf ve % 0.1 grafen takviyeli Al kompozitin EKAPlı ve EKAPsız gerinim-gerilim eğrileri.

Tian ve arkadaşları 7055 Al matrise ağırlıkça % 0, % 1, % 3 ve % 5 oranlarında grafen nanotabaka ilavesi yapmıştır. Grafen nanotabakalar, hidrazin ile grafen oksit (GO) süspansiyonundan kimyasal olarak indirgenmiştir. Tüm indirgeme işlemleri ultrasonik bir banyoda gerçekleşmiştir. Farklı oranlardaki grafen nanotabakalar 4 saat boyunca bir ultrasonik banyoda aseton çözeltisi içinde 7055 Al tozları ile harmanlanmıştır. Karışan tozlar 24 saat 50 °C' de vakumda kurutulmuştur. Daha sonra kurutulmuş karışık tozlar, spark plazma sinterlemesi (SPS) işlemi için iç çapı 15 mm olan silindirik grafit kalıbına alınmıştır. SPS deneyleri, 1 dakika kalma süresi ve 50 °C/dakika ısıtma hızı ile vakumda 400 °C' de gerçekleştirilmiştir. Tüm işlem boyunca tek eksenli bir 50 MPa basınç uygulanmıştır. Örnekler sinterleme süresinden sonra doğal olarak soğutulmuştur. Sonrasında mekanik testler uygulanmıştır. % 1 grafen ilavesi kompozit malzemenin mekanik özelliklerini önemli ölçüde geliştirmiştir. Akma dayanımı ve basma dayanımı, saf 7055 Al alaşımına göre sırasıyla % 34.9 ve % 22.1 artmaktadır. Bunun nedeni takviye elemanı grafenin süper-yüksek kuvvetine ve alaşım matrisindeki homojen takviye dağılımına bağlanmıştır. Diğer yandan AlN, B₄C, SiC ve karbon nanotüpler gibi grafen nanotabakalar tane sınırını sabitleme yoluyla tane büyümesini de engelleyebilmektedir. Metal matris ve takviye arasında temiz aynı zamanda güçlü bir arayüzey de gerekmektedir. Bu arada, metal matristeki grafen nanotabakalar, yer değiştirme ve boşlukların hareketini engelleyebilmektedir. Hem basma kuvveti hem de gerinimi, grafen içeriği ağırlıkça % 3 ve % 5'e

ulaştığında önemli ölçüde azalmıştır. Çünkü grafen nanotabakalar aglomerasyona uğramıştır. Topaklanmış nanotabakalar arasındaki zayıf arayüzeyler, sıkıştırma yükü altında kolayca kırılmaktadır. Bu nedenle, hem basma kuvveti hem de gerinimi, grafen içeriği ağırlıkça % 3 ve ağırlıkça % 5' e ulaştığında önemli ölçüde azalmaktadır [109]. Haghighi ve arkadaşlarının çalışmasından aşınma testi başlığında bahsedilmiştir. Al-nano- Al_2O_3 kompozitinde EKAP ve ekstrüzyonun partikül dağılımına etkisini incelemiştir. Al' ye hacimce % 10 ve % 15 oranlarında Al_2O_3 takviyesi yapılmıştır. Daha sonra kompozit malzemeler, 'BC' yolundaki farklı EKAP geçişleri için 200 °C' de EKAP' a tabi tutulmuştur. Silindirlerin sıkıştırılmış tozdan nominal çapı 10 mm ve uzunluğu 10 mm olacak şekilde kesilerek partiküllerin arasındaki bağların kuvvetini araştırmak için kompozit numunelere basma testi yapılmıştır. EKAP' tan sonra küçük boyutlu numuneler elde edildiği için gerinim testi yapmak mümkün olmamıştır. EKAP' ın, kompoziti bir araya getirme yeteneğine sahip olduğu dile getirilmiştir. Aynı zamanda basma testinin sonucunda EKAP' ın 3. geçişinden sonra partiküller arasındaki kuvvetli bağlara sahip teorik yoğunluktan bahsedilmiştir. EKAP' ın 3. geçişinden sonra parçacıklar arasında iyi bağlar oluşmaktadır. Ekstrüzyona tabi tutulmuş numunelere kıyasla EKAP etkisiyle yüksek basınç mukavemeti elde edilmektedir. Öte yandan, EKAPed numunelerin daha yüksek basınç dayanımı, daha iyi aşınma direnci, EKAP tekniğinin kullanılmasıyla elde edilmektedir. Sonuçlar EKAPed numunelerinin 4. geçişten sonra; ekstrüzyon numunelerine göre, parçacıkların daha iyi dağıldığını göstermektedir [99]. Jahromi ve arkadaşları Al ve Al kompozitlerine EKAP etkisini araştırmıştır. Al tozu ve Al_2O_3 nanopartikülleri başlangıç materyali olarak kullanılmıştır. Hacimce % 5, % 10 ve % 15 Al_2O_3 içeren alüminyum ve alümina tozu ayrı ayrı etanolde karıştırılmıştır. Aglomere olan tozları ayırmak ve homojen karışmaya yardımcı olmak için 1 saat boyunca ultrasonik olarak karıştırılmıştır. Yaklaşık 500 dakika boyunca 400 rpm' lik bir dönme hızına sahip çelik bilyalı bir kapta tutulmuştur. Etanolün çıkarılmasından sonra toz karışımı, 150 °C' de 90 dakika süreyle kurutulmuştur. Daha sonra, 20 tonluk bir baskıyla ve 200 °C' de kanal açısı 90 ° ve dış açısı 20 ° lik EKAP kalıbı kullanılarak 0.5 mm/s' lik bir ram hızı ile BC rotasında çoklu EKAP' a tabi tutulmuştur. EKAP' ın 1 geçişinin, kompozitlerin tam olarak birleştirilmesi için yeterli olmadığı bulunmuştur. EKAP' ın ilk geçişinde Al hacimce % 15 Al_2O_3 kompoziti için, yüksek gözenekli (yaklaşık % 7) yapısından dolayı düşük yük taşıması nedeniyle basma testi mümkün olmamıştır. Daha önceki çalışmalar, genel olarak kompozitin optimum mukavemetine ulaşmak için % 5' ten daha az gözeneklilik veya boşluk içeriğinin gerekli olduğunu göstermiştir. EKAP, saf Al' nin basma testi sonuçlarından da açıkça anlaşılacağı gibi partiküller arasındaki güçlü bağlarla birleştirme yeteneğine sahip olmaktadır. Yapılan testlere göre; EKAP geçişlerinin sayısını arttırarak, parçacıklar arasında daha iyi bağlanma formları ve daha yüksek akma dayanımı elde edilmektedir. EKAP geçişlerinin sayısının arttırılması, aynı zamanda dislokasyon oluşmasına da yol açmaktadır. Basma testi sonuçları, Al ve Al_2O_3 partikülleri arasındaki güçlü bağlar için kanıt olan hacimce % 5 ve % 10 Al_2O_3 katkılı kompozitler için yüksek verim gerilimini göstermektedir [110].

8. GENEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

- Sıvı faz eksfolasyon işlemi yapılarak grafitin tabakalara ayrılmasıyla grafen nano tabakalar başarıyla elde edilmiştir.
- Üretilen grafen alüminyum matrise % 0.1, % 0.2, % 0.3 ve % 0.6 oranlarında toz metalurjisi yöntemiyle başarıyla takviye edilmiştir.
- Yapılan SEM incelemeleri göstermiştir ki grafenler Al içerisine homojen bir şekilde dağıtılmış ve kompozit başarılı bir şekilde üretilmiştir.
- Artan grafen miktarıyla birlikte kompozitin elektriksel iletkenliğinde artış gözlemlenmiştir.
- Artan grafen miktarıyla birlikte kompozitlerin mikro sertlik ve makro sertlik değerlerinde artış meydana geldiği ve aşınma direncinin arttığı görülmüştür.
- Saf Al ve % 0.1 grafen takviyeli Al kompozitlere EKAP işlemi uygulanmıştır. Uygulanan EKAP işlemiyle birlikte EKAPlı numunelerin mikro sertlik, makro sertlik, akma ve çekme mukavemetlerinde ciddi oranlarda artış gözlemlenmiştir. Aynı şekilde EKAPlı numunelerin aşınma dirençleri de EKAPsız numunelere göre çok daha yüksektir.

Öneriler:

- Al-grafen arayüzeyinin geliştirilmesine yönelik yapılacak daha ileri çalışmalar bu kompozitlerin özelliklerinin artmasını daha da geliştirilmesini sağlayacaktır.
- Al matris içerisinde grafenlerin belli yönde yönlendirilmesi üzerine yapılacak çalışmalar özelliklerinin daha da geliştirilmesi konusunda katkı sağlayacaktır.
- Arayüzey üzerine yapılacak çalışmalar ile yüksek oranlarda grafen takviyeli Al-grafen kompozitinin EKAP prosesine tabi tutulmasını kolaylaştıracaktır.

KAYNAKLAR

- [1]. Uygur, İ., Saruhan, H. (2004). Alüminyum Esaslı Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Mekanik Özellikleri. *SAU Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 8 (1), 167.
- [2]. Onat, A. (2015), Kompozit Malzemeler Ders Notu (yayımlanmamış), Sakarya Meslek Yüksekokulu Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü.
- [3]. Ulçay, Y., Akyol, M., Gemci, R., (2002). Polimer Esaslı Lif Takviyeli Kompozit Malzemelerin Arabirim Mukavemeti Üzerine Farklı Kür Metotlarının Etkisinin İncelenmesi. *Uludağ Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, Cilt 7, Sayı 1, 93-94.
- [4]. Bulut, Y., Erdoğan, Ü.H. (2011). Selüloz Esaslı Doğal Liflerin Kompozit Üretiminde Takviye Materyali Olarak Kullanımı. *Tekstil ve Mühendis Dergisi*, 18 (82), 27.
- [5]. Ünal, O. (2017). Kompozit Malzemeler. 6 Şubat 2018 tarihinde <https://www.tekstibilgi.net/kompozit-malzemeler-nedir.html> adresinden erişildi.
- [6]. Arslan, İ. (2016). Kompozit Malzemeler ve Kullanım Alanları. 6 Şubat 2018 tarihinde <https://www.muhandisbeyinler.net/kompozit-malzemeler-ve-kullanim-alanlari/> adresinden erişildi.
- [7]. Karanfil, T. (2014). Kompozit Malzemelerin Avantaj ve Dezavantajları. 6 Şubat 2018 tarihinde <https://tolgakaranfil.webnode.com.tr/products/kompozit-malzemelerin-avantaj-ve-dezavantajlari/> adresinden erişildi.
- [8]. Bedir, F. *Alüminyum Kompozitlerin Üretimi, Karakteristik Özellikleri ve Endüstriyel Uygulamaları*. Mühendis ve Makina, Cilt: 47 Sayı: 554, 28.
- [9]. Göde, C. (2011). TM ile Üretilmiş Alümin-231 SiC_p ve B₄C_p Kompozitlerin Farklı Üretim Yöntemlerinin Mekanik Özelliklere Etkisi. Yayımlanmış doktora tezi, Pamukkale Üniversitesi, Pamukkale.
- [10]. Kalaycıoğlu, A. S. (2010). *SiC Tane Katkılı Alüminyum Kompozitlerin Toz Metalurjisi ile Üretimi ve Karakterizasyonu*. Yayımlanmış yüksek lisans tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
- [11]. Kaya, A. İ. (2016). Kompozit Malzemeler ve Özellikleri. *Putech & Composites*, (1), 40.
- [12]. Güven, C. (2014). *Kompozit Malzemeler*. Yayımlanmamış tez, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- [13]. Kalemtaş, A. (2014). Metal Matrisli Kompozitlere Genel Bir Bakış. *Putech & Composites*, 1, 18.
- [14]. Zor, M. Kompozit Malzemelerle İlgili Genel Bilgiler Ders Notu (yayımlanmamış), Dokuz Eylül Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü, 21-28.
- [15]. Tiyek, İ., Yazıcı, M., Alma, M.H., Dönmez, U., Yıldırım, B., Salan, T. ve diğerleri. (2016). Nanolif Yapılı Poli (Akrilonitril-Vinil Asetat) Grafen Oksit Yapıların Karakterizasyonu. *Tekstil ve Mühendis Dergisi*, 23 (102), 83.
- [16]. Yıldırım, H., Çakmak, S. (2016). Bükülmüş Grafenin Elektronik Özellikleri. *SDU Journal of Science Dergisi*, 11 (2), 102.
- [17]. Kanar, D. E. (2017). Grafen Nedir, Grafen Üretimi. 1 Şubat 2018 tarihinde <https://www.muhandisbeyinler.net/grafen-nedir-grafen-uretimi/> adresinden erişildi.
- [18]. Rabia. (2017). Grafenin özellikleri. 1 Şubat 2018 tarihinde <https://www.muhandisbeyinler.net/grafenin-ozellikleri/> adresinden erişildi.
- [19]. Katsnelson, M. I. (2007). Graphene: Carbon in Two Dimensions. *Materialstoday*, 10, 20-21. Doi: 10.1016/S1369-7021(06)71788-6
- [20]. Park, S., Ruoff, R. S. (2009). Chemical Methods For the Production of Graphenes. *Nature Nanotechnology*, 4, 217. Doi: 10.1038/nnano.2009.58
- [21]. Bedeloğlu, A., Taş, M. (2016). Grafen ve Grafen Üretim Yöntemleri. *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 16, 545. Doi: 10.5578/fmbd.32173
- [22]. Kumar, H. G., Xavier, M. A. (2014). Graphene Reinforced Metal Matrix Composite. *Science Direct*, 97 (2014), 1033-1035.
- [23]. Şenel, M. C., Gürbüz, M., Koç, E. (2015). Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Yeni Nesil Kompozitler. *Mühendis ve Makine Dergisi*, 56 (669), 37.
- [24]. Başçı, M. (2015). Geleceğin Malzemesi Grafen. *Bilişim Dergisi*, sayı 177, 156-166.
- [25]. Aran, A. Metal Matrisli Kompozit Malzemeler Ders Notu. (yayımlanmamış), İTÜ Makine Mühendisliği Bölümü.

- [26]. Öztop, B., Gürbüz, M. (2017). Atık Alüminyumdan Elde Edilen Matrise Grafen Takviyesiyle Üretilen Kompozitlerin Özelliklerinin İncelenmesi. *International Journal of Multidisciplinary Studies and Innovative Technologies*, 1 (1), 4.
- [27]. Wang, J., Li, Z., Fan, G., Pan, H. ve diğerleri. (2012). Reinforcement with Graphene Nanosheets in Aluminum Matrix Composites. *Science Direct*, 66, 594–597. Doi: 10.1016/j.scriptamat.2012.01.012
- [28]. Gao, X., Yue, H., Guo, E., Zhang, H., Lin, X. (2016). Preparation and Tensile Properties of Homogeneously Dispersed Graphene Reinforced Aluminum Matrix Composites. *Materials Design*, 1-32. Doi: 10.1016/j.matdes.2016.01.034
- [29]. Rashad, M., Pan, F., Tang, A., Asif, M. (2014). Effect of Graphene Nanoplatelets Addition on Mechanical Properties of Pure Aluminum Using a Semi-Powder Method. *Science Direct*, 1-8. Doi: 10.1016/j.pnsc.2014.03.012#
- [30]. Vankatesan, S., Xavier, M. A. (2017). Mechanical Behaviour of Aluminium Metal Matrix Composite Reinforced with Graphene Particulate by Stir Casting Method. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences*, 10, 55-59.
- [31]. Yan, S., Yang, C., Hong, Q. ve diğerleri. (2011). Research of Graphene Reinforced Aluminum Matrix Nanocomposites. *Journal of Materials Engineering*, 1, 1-6. Doi: 10.3969/j.issn.1001-4381.2013.06.001
- [32]. Bastwros, M., Kim, G. Y., Zhu, C., Zhang, K., Wang, S. ve diğerleri. (2013). Effect of Ball Milling on Graphene Reinforced Al6061 Composite Fabricated by Semi-Solid Sintering. *Science Direct*, 60, 111-118. Doi: 10.1016/j.compositesb.2013.12.043
- [33]. Bartolucci, S. F., Paras, J., Rafiee, M. A., Rafiee, J. ve diğerleri. (2011). Graphene Aluminum Nanocomposites. *Science Direct*, 528, 7933-7937. Doi: 10.1016/j.msea.2011.07.043
- [34]. Li, J. L., Xiong, Y. C., Wang, X. D., Yan, S. J. ve diğerleri. (2015). Microstructure and Tensile Properties of Bulk Nanostructured Aluminum/Graphene Composites Prepared Via Cryomilling. *Science Direct*, 626, 400–405. DOI: 10.1016/j.msea.2014.12.102
- [35]. Li, J. F., Zhang, L., Xiao J., Zhou, K. (2015). Sliding Wear Behavior of Copper-Based Composites Reinforced with Graphene Nanosheets and Graphite. *Science Direct*, 25, 3354–3362. Doi: 10.1016/S1003-6326(15)63970-X.
- [36]. Chu, K., Jia, C. (2014). Enhanced Strength in Bulk Graphene Copper Composites. *Applications and Materials Science*, 211, 184-190. DOI: 10.1002/pssa.201330051
- [37]. Gao, X., Yue, H., Guo, E., Zhang, H., Lin, X., Yao, L. ve diğerleri. (2016). Mechanical Properties and Thermal Conductivity of Graphene Reinforced Copper Matrix Composites. *Powder Technology*, 1, 1-29. Doi: 10.1016/j.powtec.2016.06.045
- [38]. Huang, Q., Chen, F., Ying, J., Wang, Y., Du, S., Liu, Z. (2015). Effects of Graphene Content on the Microstructure and Properties of Copper Matrix Composites. *Science Direct*, 96, 836-842. Doi: 10.1016/j.carbon.2015.10.023
- [39]. Chen, Y., Zhang, X., Liu, E., He, C., Shi, C., Li, J. ve diğerleri. (2016). Fabrication of In-Situ Grown Graphene Reinforced Cu Matrix Composites. *Scientific Reports*, 6, 1-8. Doi: 10.1038/srep19363
- [40]. Cao, Z., Wang, X., Li, J., Wu, Y., Zhang, H. ve diğerleri. (2016). Reinforcement with Graphene Nanoflakes in Titanium Matrix Composites. *Science Direct*, 696, 498-502. Doi: 10.1016/j.jallcom.2016.11.302
- [41]. Chen, Y., Song, Y., Liu, W. W., Li, W. L., Wang, Y. G. ve diğerleri. (2016). Microscopic Mechanical Properties of Titanium Composites Containing Multi-layer Graphene Nanofillers. *Science Direct*, 109, 256-263. Doi: 10.1016/j.matdes.2016.07.077
- [42]. Zhang, H. M., Mu, X. N., Cai, H. N., Fan, Q. B., Zhang, Z. H. ve diğerleri. (2017). Microstructure Evolution and Superior Tensile Properties of Low Content Graphene Nanoplatelets Reinforced Pure Ti Matrix Composites. *Materials Science & Engineering A*, 17, 1-33. Doi: 10.1016/j.msea.2017.01.072
- [43]. Hu, Z., Tong, G., Xu, R., Zhao, L., Chen, C. ve diğerleri. (2016). Laser Sintered Graphene Reinforced Titanium Matrix Nanocomposites. *Composites Part B*, 93, 352-359. Doi: 10.1115/MSEC2016-8562
- [44]. Rashad, M., Pan, F., Tang, A., Asif, M., She, J., Gou, J. ve diğerleri. (2015). Development of Magnesium-Graphene Nanoplatelets Composite. *Journal of Composite Materials*, 49, 285–293. Doi: 10.1177/0021998313518360

- [45]. Du, X., Du, W., Wang, Z., Liu, K., Li, S. (2017). Ultra-High Strengthening Efficiency of Graphene Nanoplatelets Reinforced Magnesium Matrix Composites. *Materials Science & Engineering A*, 17, 1-35. Doi: 10.1016/j.msea.2017.11.040
- [46]. Rashad, M., Pan, F., Hu, H., Asif, M., Hussain, S., She J. (2015). Magnesium Matrix Composites Reinforced with Graphene Nanoplatelets. *Materials Science & Engineering A*, 15, 1-22. Doi: 10.1016/j.msea.2015.02.002
- [47]. Du, X. M., Zheng K.F. Liu, F. G., Chen, R. Q. (2017). Preparation and Characterization of Magnesium Matrix Composites Reinforced with Graphene Nano-Sheets. *Journal of Non-Oxide Glasses*, 9 (2), 25-32.
- [48]. Algul, H., Tokur, M., Ozcan, S., Uysal, M., Cetinkaya, T., Akbulut, H., Alp, A. (2015). The Effect of Graphene Content and Sliding Speed on The Wear Mechanism of Nickel-Graphene Nanocomposites. *Science Direct*, 359, 340-348. Doi: 10.1016/j.apsusc.2015.10.139
- [49]. Fu, K., Zhang, X., Shi, C., Liu, E., He, F., Li, J. ve diğerleri. (2017). An Approach for Fabricating Ni@graphene Reinforced Nickel Matrix Composites with Enhanced Mechanical Properties. *Materials Science & Engineering A*, 17, 1-30. Doi: 10.1016/j.msea.2017.12.101
- [50]. Yoonessi, M., Gaier, J. R., Peck, J. A., Meador, M. A. (2014). Controlled Direction of Electrical and Mechanical Properties in Nickel Tethered Graphene Polyimide Nanocomposites Using Magnetic Field. *Science Direct*, 84, 375-382. Doi: 10.1016/j.carbon.2014.12.033
- [51]. Kuang, D., Xu, L., Liu, L., Hu, W., Wu, Y. (2013). Graphene-Nickel Composites. *Applied Surface Science*, 1-7. Doi: 10.1016/j.apsusc.2013.02.066
- [52]. Rashad, M., Pan, F., Lin, D., Asif, M. (2015). High Temperature Mechanical Behavior of AZ61 Magnesium Alloy Reinforced with Graphene Nanoplatelets. *Material Design*, 15, 1-30. Doi: 10.1016/j.matdes.2015.10.101
- [53]. Rashad, M., Pan, F., Asif, M., Tang, A. (2014). Powder Metallurgy of Mg-1%Al-1%Sn Alloy Reinforced with Low Content of Graphene Nanoplatelets (GNPs). *Science Direct*, 1-6. Doi: 10.1016/j.jiec.2014.01.028
- [54]. Rashad, M., Pan, F., Asif, M. (2015). Exploring Mechanical Behavior of Mg-6Zn Alloy Reinforced with Graphene Nanoplatelets. *Materials Science & Engineering A*, 15, 1-17. Doi: 10.1016/j.msea.2015.10.009
- [55]. Rashad, M., Pan F., Asif, M., Ullah, A. (2014). Improved Mechanical Properties of Magnesium-Graphene Composites with Copper-Graphene Hybrids. *Materials Science and Technology*, 0, 1-10. Doi: 10.1179/1743284714Y.00000000726
- [56]. Raab, G. J., Valiev, R. Z., Lowe, T. C., & Zhu, Y. T. (2004). Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform. *Materials Science and Engineering: A*, 382(1-2), 30-34.
- [57]. Zhu, Y. T., & Lowe, T. C. (2000). Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process. *Materials Science and Engineering: A*, 291(1-2), 46-53.
- [58]. Kumar, S. R., Gudimetla, K., Mohanlal, S., & Ravisankar, B. (2019). Effect of Mechanically Alloyed Graphene-Reinforced Aluminium by Equal Channel Angular Pressing (ECAP). *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 72(6), 1437-1441.
- [59]. Langdon, T. G., Furukawa, M., Nemoto, M., & Horita, Z. (2000). Using equal-channel angular pressing for refining grain size. *Jom*, 52(4), 30-33.
- [60]. Xu, C., Schroeder, S., Berbon, P. B., & Langdon, T. G. (2010). Principles of ECAP-Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminum alloy. *Acta Materialia*, 58(4), 1379-1386.
- [61]. Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., & Langdon, T. G. (2001). Processing of metals by equal-channel angular pressing. *Journal of materials science*, 36(12), 2835-2843.
- [62]. Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (2006). Developments in the use of ECAP processing for grain refinement. *Reviews on Advanced Materials Science*, 13(1), 15-26.
- [63]. Zare, H., Jahedi, M., Toroghinejad, M. R., Meratian, M., & Knezevic, M. (2016). Microstructure and mechanical properties of carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites synthesized via equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 670, 205-216.
- [64]. Djavanroodi, F., & Ebrahimi, M. (2010). Effect of die parameters and material properties in ECAP with parallel channels. *Materials Science and Engineering: A*, 527(29-30), 7593-7599.

- [65]. Djavanroodi, F., Omranpour, B., & Sedighi, M. (2013). Artificial neural network modeling of ECAP process. *Materials and Manufacturing processes*, 28(3), 276-281.
- [66]. Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., Yang, D. Y., Micari, F., Lahoti, G. D., ... & Yanagida, A. (2008). Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals*, 57(2), 716-735.
- [67]. Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (2011). Achieving exceptional grain refinement through severe plastic deformation: new approaches for improving the processing technology. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(10), 2942-2951.
- [68]. Hasanzadeh Azar, M., Sadri, B., Nemati, A., Angizi, S., Shaeri, M. H., Minárik, P., ... & Djavanroodi, F. (2019). Investigating the Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum-Matrix Reinforced-Graphene Nanosheet Composites Fabricated by Mechanical Milling and Equal-Channel Angular Pressing. *Nanomaterials*, 9(8), 1070.
- [69]. Huo, C., Yan, Z., Song, X., & Zeng, H. (2015). 2D materials via liquid exfoliation: a review on fabrication and applications. *Science Bulletin*, 60(23), 1994-2008.
- [70]. Sperber, J. L. (2016). Investigations of hexagonal boron nitride: bulk crystals and atomically-thin two dimensional layers (Doctoral dissertation, Kansas State University).
- [71]. Graves, P. R. G. D. J., & Gardiner, D. (1989). Practical raman spectroscopy. *Springer*.
- [72]. Hollander, J. M., & Jolly, W. L. (1970). X-ray photoelectron spectroscopy. *Accounts of chemical research*, 3(6), 193-200.
- [73]. Williams, D. B., & Carter, C. B. (1996). The transmission electron microscope. In *Transmission electron microscopy* (pp. 3-17). Springer, Boston, MA.
- [74]. Flannigan, D. J., & Zewail, A. H. (2012). 4D electron microscopy: principles and applications. *Accounts of chemical research*, 45(10), 1828-1839.
- [75]. Gayathri, S., Jayabal, P., Kottaisamy, M., & Ramakrishnan, V. (2014). Synthesis of few layer graphene by direct exfoliation of graphite and a Raman spectroscopic study. *Aip Advances*, 4(2), 027116.
- [76]. Liu, C., Hu, G., & Gao, H. (2012). Preparation of few-layer and single-layer graphene by exfoliation of expandable graphite in supercritical N₂, N-dimethylformamide. *The Journal of Supercritical Fluids*, 63, 99-104.
- [77]. Zhang, X., Coleman, A. C., Katsonis, N., Browne, W. R., Van Wees, B. J., & Feringa, B. L. (2010). Dispersion of graphene in ethanol using a simple solvent exchange method. *Chemical Communications*, 46(40), 7539-7541.
- [78]. Zheng, X., Xu, Q., Li, J., Li, L., & Wei, J. (2012). High-throughput, direct exfoliation of graphite to graphene via a cooperation of supercritical CO₂ and pyrene-polymers. *RSC Advances*, 2(28), 10632-10638.
- [79]. Ambrosi, A., Chua, C. K., Bonanni, A., & Pumera, M. (2012). Lithium aluminum hydride as reducing agent for chemically reduced graphene oxides. *Chemistry of Materials*, 24(12), 2292-2298.
- [80]. Patole, A. S., Patole, S. P., Kang, H., Yoo, J. B., Kim, T. H., & Ahn, J. H. (2010). A facile approach to the fabrication of graphene/polystyrene nanocomposite by in situ microemulsion polymerization. *Journal of colloid and interface science*, 350(2), 530-537.
- [81]. Liu, X., Li, J., Sha, J., Liu, E., Li, Q., He, C., ... & Zhao, N. (2018). In-situ synthesis of graphene nanosheets coated copper for preparing reinforced aluminum matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 709, 65-71.
- [82]. Li, G., & Xiong, B. (2017). Effects of graphene content on microstructures and tensile property of graphene-nanosheets/aluminum composites. *Journal of Alloys and Compounds*, 697, 31-36.
- [83]. Khan, M., Amjad, M., Khan, A., Ud-Din, R., Ahmad, I., & Subhani, T. (2017). Microstructural evolution, mechanical profile, and fracture morphology of aluminum matrix composites containing graphene nanoplatelets. *Journal of Materials Research*, 32(11), 2055-2066.
- [84]. Zhao, G., Xu, S., Luan, Y., Guan, Y., Lun, N., & Ren, X. (2006). Grain refinement mechanism analysis and experimental investigation of equal channel angular pressing for producing pure aluminum ultra-fine grained materials. *Materials Science and Engineering: A*, 437(2), 281-292.
- [85]. Iwahashi, Y., Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., & Langdon, T. G. (1998). Microstructural characteristics of ultrafine-grained aluminum produced using equal-channel angular pressing. *Metallurgical and materials transactions A*, 29(9), 2245-2252.

- [86]. Ashouri, S., Nili-Ahmadabadi, M., Moradi, M., & Iranpour, M. (2008). Semi-solid microstructure evolution during reheating of aluminum A356 alloy deformed severely by ECAP. *Journal of Alloys and Compounds*, 466(1-2), 67-72.
- [87]. Nedjad, S. H., Meidani, H., & Ahmadabadi, M. N. (2008). Effect of equal channel angular pressing on the microstructure of a semisolid aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 475(1-2), 224-228.
- [88]. Kumar, H. P., & Xavier, M. A. (2016). Fatigue and wear behavior of Al6061-graphene composites synthesized by powder metallurgy. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 69(2), 415-419.
- [89]. Tabandeh-Khorshid, M., Omrani, E., Menezes, P. L., & Rohatgi, P. K. (2016). Tribological performance of self-lubricating aluminum matrix nanocomposites: role of graphene nanoplatelets. *Engineering science and technology, an international journal*, 19(1), 463-469.
- [90]. Saravanan, S., & Kumares Babu, S. P. (2015). Synthesis, characterization, and ECAP consolidation of carbon nanotube reinforced AA 4032 nanocrystalline composites produced by high energy ball milling. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 137(2).
- [91]. Teixeira, A., da Rocha, M. R., & Arnt, A. B. C. (2017). Evaluation of Behavior of Aluminium-CNT Composite on the Equal-Channel Angular Extrusion. In *Materials Science Forum* (Vol. 899, pp. 305-310). Trans Tech Publications Ltd.
- [92]. GÜLER, Ö. (2006). Oksit takviyeli bakır kompozitin mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmesi ve elektriksel özelliklerinin incelenmesi/Investigation of electrical properties of oxide reinforced copper composite produced by mechanical alloying. Yayınlanmış yüksek lisans tezi, Mersin Üniversitesi, Mersin.
- [93]. Fan, Y., Wang, L., Li, J., Li, J., Sun, S., Chen, F., ... & Jiang, W. (2010). Preparation and electrical properties of graphene nanosheet/Al₂O₃ composites. *Carbon*, 48(6), 1743-1749.
- [94]. Yolshina, L. A., Muradymov, R. V., Korsun, I. V., Yakovlev, G. A., & Smirnov, S. V. (2016). Novel aluminum-graphene and aluminum-graphite metallic composite materials: Synthesis and properties. *Journal of alloys and compounds*, 663, 449-459.
- [95]. Xu, C. L., Wei, B. Q., Ma, R. Z., Liang, J., Ma, X. K., & Wu, D. H. (1999). Fabrication of aluminum-carbon nanotube composites and their electrical properties. *Carbon*, 37(5), 855-858.
- [96]. Zhang, H. B., Zheng, W. G., Yan, Q., Jiang, Z. G., & Yu, Z. Z. (2012). The effect of surface chemistry of graphene on rheological and electrical properties of polymethylmethacrylate composites. *Carbon*, 50(14), 5117-5125.
- [97]. Ghazaly, A., Seif, B., & Salem, H. G. (2016). Mechanical and tribological properties of AA2124-graphene self lubricating nanocomposite. In *Light Metals 2013* (pp. 411-415). Springer, Cham.
- [98]. Radha, A., Vijayakumar, K. R. (2016). An investigation of mechanical and wear properties of AA6061 reinforced with silicon carbide and graphene nano particles-particulate composites. *Materials Today: Proceedings*, 3(6), 2247-2253.
- [99]. Haghighi, R. D. (2015). Effect of ECAP and extrusion on particle distribution in Al-nano-Al₂O₃ composite. *Bulletin of Materials Science*, 38(5), 1205-1212.
- [100]. Rengifo, S., Zhang, C., Harimkar, S., Boesl, B., & Agarwal, A. (2017). Tribological behavior of spark plasma sintered aluminum-graphene composites at room and elevated temperatures. *Technologies*, 5(1), 4.
- [101]. Blanco Fernandez, J., Jimenez Macias, E., Saenz-Diez Muro, J., Caputi, L., Miriello, D., De Luca, R., ... & Carvajal Fals, H. (2018). Tribological behavior of AA1050H24-graphene nanocomposite obtained by friction stir processing. *Metals*, 8(2), 113.
- [102]. Gao, L. L., & Cheng, X. H. (2008). Microstructure and dry sliding wear behavior of Cu-10% Al-4% Fe alloy produced by equal channel angular extrusion. *Wear*, 265(7-8), 986-991.
- [103]. Ramu, G., & Bauri, R. (2009). Effect of equal channel angular pressing (ECAP) on microstructure and properties of Al-SiCp composites. *Materials & Design*, 30(9), 3554-3559.
- [104]. Thiyaneshwaran, N., & Sureshkumar, P. (2013). Microstructure, mechanical and wear properties of aluminum 5083 alloy processed by equal channel angular extrusion. *Int. J. Eng. Res. Technol.*, 2, 17-24.
- [105]. Bongale, A. M., & Kumar, S. (2018). Equal channel angular pressing of powder processed Al6061/SiC nano metal matrix composites and study of its wear properties. *Materials Research Express*, 5(3), 035002.

- [106]. Wang, C. T., Gao, N., Wood, R. J., & Langdon, T. G. (2011). Wear behavior of an aluminum alloy processed by equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Science*, 46(1), 123-130.
- [107]. Derakhshandeh-Haghighi, R., & Jahromi, S. A. J. (2016). The Effect of Multi-pass Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) for Consolidation of Aluminum-Nano Alumina Composite Powder on Wear Resistance. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 25(2), 687-696.
- [108]. Chegini, M., Fallahi, A., & Shaeri, M. H. (2015). Effect of equal channel angular pressing (ECAP) on wear behavior of Al-7075 alloy. *Procedia Materials Science*, 11, 95-100.
- [109]. Tian, W. M., Li, S. M., Wang, B., Chen, X., Liu, J. H., & Yu, M. (2016). Graphene-reinforced aluminum matrix composites prepared by spark plasma sintering. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 23(6), 723-729.
- [110]. Jahromi, A. J. (2011). An investigation on the capability of equal channel angular pressing for consolidation of aluminum and aluminum composite powder. *Materials & Design*, 32(6), 3377-3388.



ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı : Nihal BAĞCI

Doğum Tarihi : 11.01.1994

E-mail : nhlbagci@gmail.com

Öğrenim Durumu :

Derece	Bölüm/Program	Üniversite	Yıl
Lisans	Metalurji ve Malzeme Mühendisliği	Kocaeli Üniversitesi	2012-2017
Yüksek Lisans	Metalurji ve Malzeme Mühendisliği	Mersin Üniversitesi	2017-2019

Görevler :

Görev Ünvanı	Görev Yeri	Yıl
Bursiyer	Tübitak 116M534 Nolu Proje	2017-2018
Bursiyer	Tübitak 218M235 Nolu Proje	2018-2019
Araştırmacı	Mersin Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri 2018-3-TP2-3043 Nolu Proje	2018-2019