

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**KARIŞIM TASARIMI YAKLAŞIMI İLE MAGNEZYUM
ESASLI NANOKOMPOZİT MALZEME ÜRETİLMESİ VE
MALZEME ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU**

**Hazırlayan
Yahya KAYA**

**Danışman
Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ**

Doktora Tezi

**Ocak 2016
KAYSERİ**

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**KARIŞIM TASARIMI YAKLAŞIMI İLE MAGNEZYUM
ESASLI NANOKOMPOZİT MALZEME ÜRETİLMESİ VE
MALZEME ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU**

(Doktora Tezi)

**Hazırlayan
Yahya KAYA**

**Danışman
Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ**

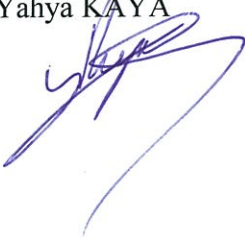
**Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
(TÜBİTAK) 112M780 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Ocak 2016
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Yahya KAYA



YÖNERGEYE UYGUNLUK

Karışım Tasarımı Yaklaşımı ile Magnezyum Esaslı Nanokompozit Malzeme Üretilmesi ve Malzeme Özelliklerinin Optimizasyonu Doktora tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi 'ne uygun olarak hazırlanmıştır.

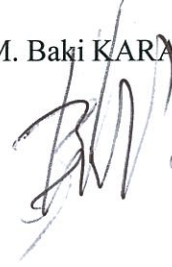
Hazırlayan

Yahya KAYA



Danışman

Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ



Makine Mühendisliği ABD Başkanı

Prof. Dr. Necdet ALTUNTOP

Prof. Dr. Mehmet Baki KARAMIŞ danışmanlığında **Yahya KAYA** tarafından hazırlanan “**Karışım Tasarımı Yaklaşımı ile Magnezyum Esaslı Nanokompozit Malzeme Üretilmesi ve Malzeme Özelliklerinin Optimizasyonu**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makina Mühendisliği Anabilim Dalında **Doktora** tezi olarak kabul edilmiştir.

15 /01/ 2016

JÜRİ:

Danışman : Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ

Üye : Prof. Dr. M. Kemal APALAK

Üye : Prof. Dr. Sedat ÖZDEN

Üye : Prof. Dr. M. Halidun KELEŞTEMUR

Üye : Prof. Dr. Burhan SELÇUK

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 26/01/2016. tarih ve 2016/07-06 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

26/01/2016
Prof. Dr. Kazım KEŞİOĞLU

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Tez çalışma konumun seçiminden, tez çalışmasının tamamlanmasına kadar manevi desteğini esirgemeyen ve her zaman yanımda olduğunu hissettiğim çok değerli ve saygıdeğer hocam sayın Prof. Dr. Mehmet Baki KARAMIŞ'a, özellikle laboratuvar çalışmaları olmak üzere tez çalışması sonuna kadar olan yardımlarından dolayı Dr. Fatma Nazlı SARI'ya, yardım ve desteklerini esirgemeyen Doç. Dr. Fehmi NAİR, Yrd. Doç. Dr. Alper CERİT, Yrd. Doç. Dr. Veysel ERTURUN ve Arş. Gör. Abdullah GÖÇER'e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışması boyunca bana vermiş oldukları manevi destek, göstermiş oldukları sabır ve anlayıştan dolayı başta çok değerli eşim Yasemin KAYA'ya ve oğullarım Yahya Yiğit KAYA ve Fevzi Karahan KAYA olmak üzere bana sabreden tüm akraba, arkadaş, komşu ve arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Tez çalışmasını maddi olarak destekleyen Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumuna (Proje No:112M780) teşekkür ederim.

Yahya KAYA

Ocak 2016, KAYSERİ

KARIŞIM TASARIMI YAKLAŞIMIYLA MAGNEZYUM ESASLI NANOKOMPOZİT MALZEME ÜRETİLMESİ VE MALZEME ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU

Yahya KAYA

**Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü
Doktora Tezi, Ocak 2016
Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ**

ÖZET

Yüksek dayanımlı ve hafif malzemelerin kara ve hava taşımacılığı ile ileri savunma sistemlerinde kullanım potansiyeli oldukça artmıştır. Enerji verimliliği, çevreye duyarlılık, yasal zorunluluklar, yüksek performans, çalışma ortamı gibi koşullar ve hızla yükselen yüksek kalite standartları nedeniyle, Dünyada bol miktarda mevcut olan, geri dönüşüm imkanı ve yüksek özgül dayanım özelliği gibi olumlu özellikleri nedeniyle magnezyum oldukça ilgi çeken bir metaldir. Bu olumlu özelliklerine rağmen yüksek sıcaklık ve korozyon koşullarından kolayca etkilenen özellikleri ise kullanım alanlarını kısıtlayan faktörler olmuştur. Magnezyumun olumsuz özelliklerinin takviye elemanı kullanılarak iyileştirilmesi ile elde edilecek metal matrisli kompozitler, günden güne artan hafif malzeme ihtiyacı için iyi bir alternatif olarak görülmektedir.

Bu çalışmada takviye malzemesi olarak, nano boyutta olmanın getirdiği avantajlar ve oldukça yüksek mekanik özellikleri nedeniyle karbon nanotüp ile magnezyumun yüksek sıcaklık ve korozyon dayanımını artıran nadir toprak elementlerinden seryum takviye elemanı olarak tercih edilmiştir. Yukarıda verilen amaçlara ulaşabilmek için bu çalışmada ortalama 266 µm boyutunda AZ41 magnezyum alaşımı talaşı matris malzemesi olarak kullanılmıştır. Bu matrise güçlendirmek amacıyla takviye elemanı olarak 5-20 nm çaplı ve 1- 10 µm uzunluklu çok duvarlı karbon nanotüp ile < 44 µm tane boyutuna sahip seryum kullanılmıştır. Magnezyum esaslı nanokompozit malzemelerin elde edilmesi için toz metalürjisi yöntemi kullanılmıştır. Takviye elemanlarının belirtilen özelliklere olan etkilerinin incelenmesi amacıyla karışım tasarımı yöntemi kullanılarak numune karışım oranları belirlenmiştir. Bu çalışma kapsamında geliştirilen nano malzemeleri homojen karıştırma yöntemi kullanılarak karışım tasarımına uygun olarak karıştırılan toz gruplarıyla elde edilen ham kompozitler (biletler) ekstrüze edilerek çubuk haline getirildikten sonra her bir teste uygun

numuneler hazırlanarak nanokompozit malzemelerin mikroyapı, çekme dayanımı, uzama, sertlik, yoğunluk, gözeneklilik, darbe ve korozyon dayanımı gibi özellikleri incelenmiştir. İlgilenilen özellikler için tahmin modelleri geliştirilerek oluşturulan yüzey grafikleriyle özellik-takviye elemanı ilişkisi incelenerek değerlendirilmiştir. Yapılan değerlendirmeler sonucunda genel olarak karbon nanotüp takviyesinin tek başına kompozit malzemenin enerji sönümlene özelliğini önemli oranda arttırdığı, korozyon direncinin azalması konusunda önemli etkiye sahipken mekanik özelliklerin azalmasında daha az etkiye sahip olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte seryumun oda şartlarında ve yüksek sıcaklıklarda korozyon direncini artırdığı, enerji sönümlene özelliklerine önemli bir etkisi olmadığı, yüksek oranda (bu çalışmada kullanılan) katılmasının ise kompoziti sünekleştirdiği tespit edilmiştir. İkili ve üçlü kompozit numunelerinde takviye elemanlarının kombine etkileri incelendiğinde, gerilme-uzama, korozyon ve enerji sönümlene özelliklerinin KNT ve seryum takviyelerinin üst sınırlarında en kötü seviyeye düştüğü belirlenmiştir. Ancak özelliklerin teker teker veya hep birden iyileştiği optimum karışım oranları bu çalışmada kullanılan karışım tasarımı yöntemiyle tespit edilmiştir. Ayrıca takviye elemanlarının kompozit malzeme özelliklerine olan genel etkilerinin çoğunlukla doğrusal olmaması, tüm takviye oranları için kompozit malzeme üretip sonuçlarını değerlendirmenin süre ve maliyet bakımından mümkün olmaması nedeniyle malzeme geliştirme çalışmalarında karışım tasarımı yönteminin kullanılmasının uygun olduğu elde edilen sonuçlarla açık bir şekilde ortaya konmuştur.

Anahtar Kelimeler: Magnezyum alaşımı, karbon nanotüp, seryum, nano kompozit, karışım tasarımı.

MANUFACTURING OF MAGNESIUM NANOCOMPOSITE MATERIAL AND OPTIMIZATION OF THE MATERIAL PROPERTIES BY MIXTURE DESIGN

Yahya KAYA

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

PhD Thesis, January 2016

Thesis Supervisor: Prof. Dr. M. Baki KARAMIŞ

ABSTRACT

The potential usage of high strength and lightweight materials for land and air transportation, advanced defence system is considerably increased. Because of energy efficiency, environmental awareness, legal requirements, high performance, working conditions and rapidly increasing quality standards, magnesium is very attractive material with the properties such as abundancy, recyclability and high strength-density ratio. Despite of these favourable properties, the unfavourable properties such as degradation under high temperatures and corrosive conditions are the factors which constraints its usage. Metal matrix composites obtained by improving magnesium with reinforcements are considered as a good alternative for day by day increasing need of lightweight materials.

In this study, carbon nanotube with advantage of being nano-sized material and high mechanical properties, and cerium one of the rare earth element which improves magnesium's high temperature and corrosion resistance are preferred to use as reinforcement. For attaining to the aims given above, in this study, AZ41 magnesium alloy with average particle size of 266 μm is used as matrix material. To reinforce the matrix material, multiwalled carbon nanotube with 5-10 nm outer diameter and 1-10 μm length, and < 44 μm particle sized cerium are used. Magnesium matrix nano composite materials are manufactured by powder metallurgy. To investigate the effects of the reinforcement materials' on properties, volume fraction of powders are determined by mixture design. Raw composites (billets) obtained through mixing the powder combinations according to the mixture design via a method for homogeneous mixing of nano materials developed during this study. After that, the billets are extruded for obtaining a rod, and suitable samples for each test are prepared from the rods to examine the properties of the nano composites such as microstructure, tensile strength,

elongation, hardness, density, porosity, impact and corrosion resistance. Reinforcement-property relationships are examined by surface graphs which generated from the prediction models developed for the interested properties. As a result of evaluations, as sole reinforcement, it is determined that carbon nanotubes are significantly improves the energy absorption property of composite material, whereas it has significant effect on degradation of the corrosion resistance property while the effect on degradation of the mechanical properties is lower. However, it is determined that cerium improves the materials' corrosion resistance at both of room and high temperature conditions, and it has no effect on energy absorption property. On the other hand, it improves ductility of the composite with its high proportions (as used in this study). When the combined effects of reinforcements on the binary and ternary composite samples are considered, tensile-strain, corrosion and energy absorption properties are degraded to the worst level at high levels of both reinforcements. Nevertheless, optimum mixing proportions are determined by mixture design in case of the properties are improved individually and all together. Furthermore, it is clearly proved by the result of this study, mixture design method is suitable for material development studies. Because, the effects of the reinforcements on the properties of the composite is generally non-linear, and manufacturing of composites for combinations of all reinforcement is nearly impossible due to cost and time.

Keywords: Magnesium alloy, carbon nanotube, cerium, nano composite, mixture design.

İÇİNDEKİLER

KARIŞIM TASARIMI YAKLAŞIMI İLE MAGNEZYUM ESASLI NANOKOMPOZİT MALZEME ÜRETİLMESİ VE MALZEME ÖZELLİKLERİNİN OPTİMİZASYONU

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK.....	i
YÖNERGEYE UYGUNLUK.....	ii
KABUL VE ONAY	iii
TEŞEKKÜR	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER.....	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xii
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. Hafif ve Dayanıklı Malzeme İhtiyacı.....	4
1.2. Magnezyum Alaşımları ve Magnezyum Matrisli Kompozitler	11
1.3. Karbon Nanotüplerin Matris İçerisinde Dağıtılması.....	15
1.4. Karışım Tasarımı	17

2. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Gereç ve Yöntem	22
2.1.1. Malzemeler	22
2.1.2. İmalat Yönteminin Belirlenmesi	25
2.1.2.1. Karıştırma Yönteminin Belirlenmesi.....	25

2.1.2.1.1. Mekanik Karıştırma Yöntemi ile Ön Denemeler.....	26
2.1.2.1.2. Sıvı Karıştırma Yöntemi ile Ön Denemeler	31
2.1.2.2. İmalat Yöntemine Karar Verilmesi	37
2.1.3. Numune Hazırlama ve Test Şartları.....	39
2.2. Karışım Tasarımı Yöntemi ile Numune Karışım Oranlarının Belirlenmesi ...	42

3. BÖLÜM

BULGULAR ve TARTIŞMA

3.1. Giriş	43
3.2. Malzemelerin Özelliklerinin İncelenmesi.....	43
3.2.1. Mikroyapı	43
3.2.2. Yoğunluk.....	52
3.2.3. Sertlik.....	55
3.2.4. Maksimum Çekme Gerilmesi ve Kopma Uzaması.....	599
3.2.5. Enerji Sönümlleme	67
3.2.6. Korozyon.....	71
3.3. Karışım Tasarımı Yöntemiyle Sonuçların Optimizasyonu.....	83

4. BÖLÜM

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

4.1. Giriş	86
4.2. Sonuçlar.....	87
4.3. Öneriler	89
KAYNAKLAR.....	91
ÖZGEÇMİŞ	99

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1. Ortalama bir araçta kullanılan malzeme bilgileri.....	6
Tablo 1.2. Araçlarda kullanılan Magnezyum Parçalar	6
Tablo 1.3. Havacılıkta Kullanılacak Gelişmiş Malzeme İçin Teşvik Edici Faktörler ..	10
Tablo 1.4. Karbon nanotüp özellikleri.....	11
Tablo 1.5. KNT takviyeli magnezyum nanokompozitlerin özellikleri.	13
Tablo 1.6. Potansiyel karbon nanotüp takviyeli kompozit uygulamaları.....	15
Tablo 2.1. Magnezyum Alaşımı İçeriği.....	23
Tablo 2.2. KNT Özellikleri.....	24
Tablo 2.3. Ultrasonik karışım numuneleri özellikleri	32
Tablo 2.4. Numune ve karışım oranları.....	42
Tablo 3.1. Toz malzemelerin yoğunluk değerleri	52
Tablo 3.2. Numunelerin teorik, deneysel yoğunlukları ve gözeneklilik değerleri.....	53
Tablo 3.3. Numunelerin sertlik değerleri.....	56
Tablo 3.4. Sertlik değeri için varyans analizi tablosu	57
Tablo 3.5. Maksimum çekme gerilmesi ve kopma uzaması değerleri	60
Tablo 3.6. Maksimum çekme gerilmesi değeri için varyans analizi tablosu.....	63
Tablo 3.7. Kopma uzaması değeri için varyans analizi tablosu.....	65
Tablo 3.8. Numuneler tarafından sönmölen enerji değeri	67
Tablo 3.9. Sönmölen enerji değeri için varyans analizi tablosu.....	70
Tablo 3.10. Numunelere ait bazı özellikler ve oda sıcaklığında korozyon test sonuçları.....	72
Tablo 3.11. Numunelere ait bazı özellikler ve 70 °C’de korozyon test sonuçları	73
Tablo 3.12. Korozyon oranları (48 saat) için varyans analizi tablosu.....	81
Tablo 3.13. Kompozit Takviye Oranları ve Özellikleri.....	84

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Geçmişte, günümüzde ve gelecekte muhtemel olan araçlarda kullanılan malzeme miktarları	5
Şekil 1.2. Araçların ön kısmında potansiyel magnezyum uygulama alanları.....	7
Şekil 1.3. Araçların ön ve üst kısımlarında potansiyel magnezyum uygulama alanları.....	8
Şekil 1.4. İleri kompozitlerin uçaklarda kullanım oranları.....	9
Şekil 1.5. Airbus Uçakları Kompozit Malzeme Kullanım Oranları.....	9
Şekil 1.6. Karbon nanotüp takviyeli metal matrisli kompozitlerle ilgili yapılan çalışmalar	12
Şekil 1.7. Magnezyum Matris yüzeye bağlanmış homojen dağılmış ve yığın oluşturmayan KNT'ler	14
Şekil 1.8. Korozyon deneyi sonucu malzeme ağırlık kaybı oranları.	14
Şekil 1.9. Üç bileşen bulunan karışım uzayı.....	18
Şekil 1.10. Üç ve dört bileşenli karışım uzayları.	18
Şekil 2.1. Magnezyum Alaşım Talaşı SEM Görüntüsü	22
Şekil 2.2. Magnezyum Alaşımı Tane Boyut Dağılım Grafiği	23
Şekil 2.3. Magnezyum tozu SEM görüntüsü.	23
Şekil 2.4. KNT yığın yüzeyi SEM Görüntüsü	24
Şekil 2.5. Seryum tozu SEM Görüntüsü	24
Şekil 2.6. Turbula T2F karıştırıcı.....	26
Şekil 2.7. Atmosbag ve gaz kurutma ünitesi	27
Şekil 2.8. KNT yığını SEM görüntüsü	28
Şekil 2.9. %5 KNT ve %95 magnezyum tozunun 8 saat karışımı sonrası SEM görüntüsü.....	28
Şekil 2.10. Toz sıkıştırma kalıbı	29
Şekil 2.11. Toz sıkıştırma işleminde kullanılan 250 tonluk hidrolik pres.....	29
Şekil 2.12. Ekstrüzyon kalıbı resmi	30
Şekil 2.13. Ekstrüzyon kalıbı ısıtma düzeneği.....	30

Şekil 2.14. %5 KNT ve % 2 seryum bilek numune SEM görüntüsü.....	31
Şekil 2.15. %5 KNT ve % 2 seryum çubuk numune SEM görüntüsü	31
Şekil 2.16. Ultrasonik Homojenizator.....	33
Şekil 2.17. Homojen karışımın elde edilemediği numunelerden örnekler.	33
Şekil 2.18. Homojen karışımın 576 saat (24 gün) sonunda devam ettiği numune örnekleri.	34
Şekil 2.19. IPA içerisinde PVP bulunan homojen karışmış numune (20) ve SA bulunan homojen karışmamış numune (22).	35
Şekil 2.20. Patlama sonrası sinterleme fırını görüntüsü.....	35
Şekil 2.21. Döner evaporatör	36
Şekil 2.22. Boyuna kesit ve kopma numunesi SEM görüntüleri.	37
Şekil 2.23. Toz sıkıştırma işlemi sonrası bilek görüntüsü.....	38
Şekil 2.24. Çubuk haline getirilmiş toz karışımları	39
Şekil 2.25. Çekme test numuneleri boyutu.....	40
Şekil 2.26. Çentik darbe test numunesi	40
Şekil 2.27. Korozyon test numunesi	40
Şekil 2.28. Korozyon test düzeneğinin şematik gösterimi.	41
Şekil 2.29. Korozyon kalıntılarını temizlemede kullanılan malzemeler	41
Şekil 3.1. Takviyesiz numune SEM görüntüsü.....	44
Şekil 3.2. Takviyesiz numune EDX analizi.....	44
Şekil 3.3. a) 2 Numaralı numune SEM görüntüsü b) B noktası detay görüntüsü.....	45
Şekil 3.4. a) 2 Numaralı numune A noktası EDX analizi b) 2 Numaralı numune B noktası EDX analizi	46
Şekil 3.5. a) 7 numaralı numune SEM görüntüsü b) A noktası detay görüntüsü	47
Şekil 3.6. a) 7 numaralı numune A noktası EDX analizi b) 7 numaralı numune B noktası EDX analizi	48
Şekil 3.7. % 5 KNT takviyeli numune XRD analizi.	49
Şekil 3.8. Farklı yönelim ve aralıklara sahip Moiré Saçakları. (a ve b 11 numaralı numune, c ve d 16 numaralı numune).....	50

Şekil 3.9. 16 numaralı numune tane yapıları	50
Şekil 3.10. 16 numaralı numuneye ait Antifaz Domain yapısı ve tane sınırları.....	51
Şekil 3.11. Tane sınırı ve EDX analizi.....	52
Şekil 3.12. Numune Teorik ve Deneysel Yoğunlukları	54
Şekil 3.13. Numune gözeneklilik yüzdesinin grafiksel gösterimi	54
Şekil 3.14. 6 numaralı numune sertlik ölçümü optik görüntüsü.....	55
Şekil 3.15. Sertlik değerinin (HV1) takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.	57
Şekil 3.16. Sertlik değeri 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü.....	58
Şekil 3.17. Çekme numunesi görüntüsü.....	59
Şekil 3.18. 3, 19 ve 25 numaralı numunelerin çekme gerilmesi ve kopma uzaması değerleri.	59
Şekil 3.19. Maksimum çekme gerilmesi değerlerinin (N/mm^2) takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.....	61
Şekil 3.20. 19 numaralı numune SEM görüntüsü a) kırık yüzey b) kırık yüzey detayı.	61
Şekil 3.21. 14 numaralı numune SEM görüntüsü a) kırık yüzey b) kırık yüzey detayı.	62
Şekil 3.22. Maksimum çekme gerilmesi için 3 boyutlu yüzey görüntüsü.	64
Şekil 3.23. Kopma uzaması için 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü.	66
Şekil 3.24. Sönümlenen enerji değerlerinin (J) takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.	68
Şekil 3.25. 8 numaralı numune kırık yüzey görüntüsü.	68
Şekil 3.26. 14 numaralı numune kırık yüzey görüntüsü.	69
Şekil 3.27. Sönümlenen enerji değerlerinin 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü.....	71
Şekil 3.28. Korozyon oranı değerlerinin oda sıcaklığında 24 saat için takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.	74
Şekil 3.29. Numune korozyon oranlarının oda ve 70 °C sıcaklıktaki korozyon değerleri	75
Şekil 3.30. Korozyon oranları a) 23 Numaralı numune b) 19 Numaralı numune	76
Şekil 3.31. 20 °C ve 70 °C’de toplam korozyon oranı değerleri	77
Şekil 3.32. 23 numaralı numune korozyon testi (24saat) sonrası SEM görüntüsü, a)100 X büyütme b) 600 X büyütme (Back scattered).	77

Şekil 3.33. 23 numaralı numunenin SEM görüntüsünde belirtilen noktalarının (a, b, c ve d) EDX analizi.....	78
Şekil 3.34. 25 numaralı numunenin korozyon testi sonrası yüzey görüntüsü.	79
Şekil 3.35. 25 numaralı numune XRD Analizi.....	80
Şekil 3.36. Korozyon oranı için 3 boyutlu yüzey görüntüsü.	82
Şekil 3.37. Korozyon oranı için kontur görüntüsü.....	82
Şekil 3.38. İstenirlik değeri kontur grafiği ve detay görüntü.....	84
Şekil 3.39. İstenirlik değeri 3 boyutlu yüzey grafiği.....	85

GİRİŞ

Hızla artan enerji tüketimi ve buna bağılı olarak gelişen çevre kirliliğı, kısıtlı enerji kaynakları ve doğa koşulları nedeniyle kara ve hava taşımacılığında enerji verimliliğı ön plana çıkmakta, bazı ülkeler birtakım yasal uygulamalarla enerji verimliliğini teşvik etmekte ve hatta zorunlu hale getirmektedir. Enerji verimliliğı açısından hafif ama güvenlik ve performanstan da ödün vermeyen dayanımı yüksek malzemeler, güvenlik ve performans standartlarını karşılarken enerji verimliliğini artırmakta ve buna bağılı olarak yakıt atıklarının salınımını da azaltmaktadır. Özellikle son dönemlerde geliştirilen elektrikli araçlarda kullanılan pil ve elektrik motoru gibi güç sağlayan sistemlerin ağır oluşu ve bu nedenle oluşan dezavantajların kaldırılması ile elektrikli araçların geniş kitlelerce kullanılabilecek düzeyde efektif hale gelebilmesi ancak geleneksel olarak kullanılan malzemelerin yerini alabilecek hafif malzemelerin geliştirilmesi ile mümkün olacaktır. Hafif ve dayanıklı malzeme ihtiyacı hızla gelişen uzay ve savunma endüstrisinde de hızlı, yüksek manevra ve hareket kabiliyetine sahip hava, deniz ve kara araçları için artan bir önem kazanmaktadır. Daha uzun menzile sahip, hedefe daha çabuk ulaşabilen ya da daha ziyade harekata yönelik yük taşıma kapasitesine sahip araçlarla stratejik üstünlük sağlanabilecektir.

Kara araçlarında kullanılan malzemelerin büyük bir kısmı metalden oluşmakta ve bu metal malzemelerin yaklaşık % 75'ini normal, yüksek ve orta dayanımda çelikler oluştururken sırasıyla alüminyum ve magnezyum sık kullanılan metallerdir. Yukarıda belirtilen günümüz ve gelecek koşulları bu malzeme kompozisyonunun alüminyum ve magnezyum lehine artmasını kaçınılmaz kılmaktadır. Belirtilen malzemelerin bilinen ve kullanılan önemli özelliklerinin geliştirilmesi ve olumsuz özelliklerinin giderilmesi de ancak kompozit malzemelerle mümkün görünmektedir. Bunlardan alüminyum ve alüminyum matriksli kompozitler, birçok başarılı araştırma uygulamaları yapılmış olmasına rağmen (sürekli değişen malzeme çeşitliliğı ve maliyetler nedeniyle maliyet

kriterinin, verimlilik ve etkinlik gibi kriterlere göre daha az önemli hale gelmesi ve ileride öneminin daha da azalacağı öngörüldüğünde) hala araştırma alanları oluşmaktadır. Magnezyum matriksli kompozitler ise alüminyuma göre çok daha az araştırılmıştır. Ancak yukarıda belirtilen nedenlerle “hafif” malzeme ihtiyacının günümüzde ve yakın gelecekte “daha hafif” malzeme ihtiyacı ile hızlı bir şekilde değişmesi alüminyumdan daha hafif olması nedeniyle bu ihtiyaca en uygun cevap verecek olan metal olarak magnezyum ön plana çıkmaktadır. Magnezyumun dezavantajlarının uygun takviye elemanları ile geliştirilerek kompozit bir malzeme elde edilmesi durumunda, alüminyum ya da çeliklerin yerini alabilecek özelliklere sahip bir kompozit malzeme ile ağırlık kazanım oranları oldukça artacaktır. Karbon nanotüpler, nano boyutta olmalarının da getirdiği katkılarla oldukça yüksek mekanik özellikleri ile ideal bir takviye elemanı olarak ortaya çıkmaktadır. Karbon nanotüplerin sıra dışı sayılabilecek yüksek mekanik özellikleri 90’lı yıllardan itibaren biliniyor olmasına rağmen üretim maliyetlerinin yüksekliği nedeniyle araştırma çalışmaları (özellikleri ile sağlayacağı öngörülen katkılara göre özellikle metal matriksli kompozitler konusunda) oldukça az olmuştur. Bununla birlikte üretim maliyetlerindeki hızlı düşüş trendi ile son birkaç yılda endüstride yaygın olarak kullanım için makul seviyelere gelen karbon nanotüplerin, önümüzdeki yıllarda daha da düşmesi beklenen üretim maliyetleri ile çok daha fazla uygulama imkanı bulunacağı açıktır.

Yapılan metal matriksli kompozit malzeme araştırmalarında kompozit malzemedeki bileşen oranları tahmini olarak belirlenmiş ve üretilen numunelerin mekanik ve fiziksel özellikleri incelenerek bu numuneler için elde edilen sonuçlara göre ve bu sonuçlardan yapılan çıkarımlara göre matriks ve takviye malzeme oranlarının sonuçlara etkisi yorumlanarak anlaşılmaya çalışılmıştır. Oysa kompozit malzemede kullanılacak malzeme ve takviye elemanlarının kompozit malzeme özelliklerine olan etkileri bileşenler arasındaki etkileşimler nedeniyle doğrusal olmayabilir ve bu etkileşimler tam olarak açıklanamadığı ya da anlaşılamadığı sürece doğru yorumlanamayabilir. Bunun sonucu olarak numunelerin üretildiği bileşen oranlarının dışında daha iyi özelliklere sahip kompozit malzemenin hangi bileşen oranlarında elde edilebileceği de öngörülemez.

Karışım tasarımı, bileşen oranlarının seçilen tasarım yöntemine göre belirlenmesi ve numunelerin buna göre üretilmesi ile elde edilecek veri setinin analizi ile ürün

özelliklerini tahmin edecek, tahmin modellerinin geliştirilmesine olanak verir. Tahmin modellerinin geçerlilik testleri yapılarak doğru tahminler yapabilme yeteneği teyit edildikten sonra, üretilen numuneler dışındaki bileşen oranları için ürün özelliklerinin tahminleri yapılarak en iyi özellikleri sağlayacak bileşen oranları belirlenebilmektedir. Ayrıca bileşenin ve sinerjik ve anatagonistik bileşen etkileşimlerinin, ürün özelliklerine olan etkileri matematiksel olarak ifade edilerek net olarak anlaşılabilir. Böylece istenen özelliklere sahip en uygun ürünün elde edilmesi mümkün olmaktadır.

Bu çalışmada magnezyum alaşımı matris malzemesi, karbon nanotüp ve seryum takviye elemanları olacak şekilde toz metalurjisi yöntemi ile metal matrisli nanokompozit malzemeler üretilerek belirlenen ürün özellikleri test ve analizlerle incelenmiştir. Ürün özelliklerini optimize edecek bileşen oranlarını belirlemede kullanılacak tahmin modelleri geliştirilebilmesi için karışım tasarımı yöntemi kullanılmıştır. Yapılan ön çalışmalar sonucunda, karbon nanotüp için % 5, seryum içinse % 2 üst sınır belirlenerek karışım tasarımı yapılmış ve tekrar numuneleri dahil 25 adet numune üretimi gerçekleştirilmiştir. Numunelerin test sonuçlarına göre modelde kullanılan terimlerin ve modelin geçerliliği sağlandıktan sonra tahmin modelleri geliştirilmiştir. Bu modeller sayesinde, kompozit özellikleri ölçülmemiş olan bileşen oranları için ürün özelliklerinin düzeyi görülmesi, terimler ve birbirleri arasındaki etkileşimler matematiksel fonksiyon olarak ifade edilmesi ve her bir özelliği hem ayrı ayrı hem de aynı anda optimize edecek bileşen kombinasyonlarının belirlenmesi sağlanmıştır. Ayrıca aynı ürün özelliklerini veren maliyeti daha az olan başka bileşen kombinasyonları varsa bunlarda araştırılarak malzeme maliyeti daha ucuz olan kompozit malzemenin belirlenmesi sağlanmıştır.

1. BÖLÜM

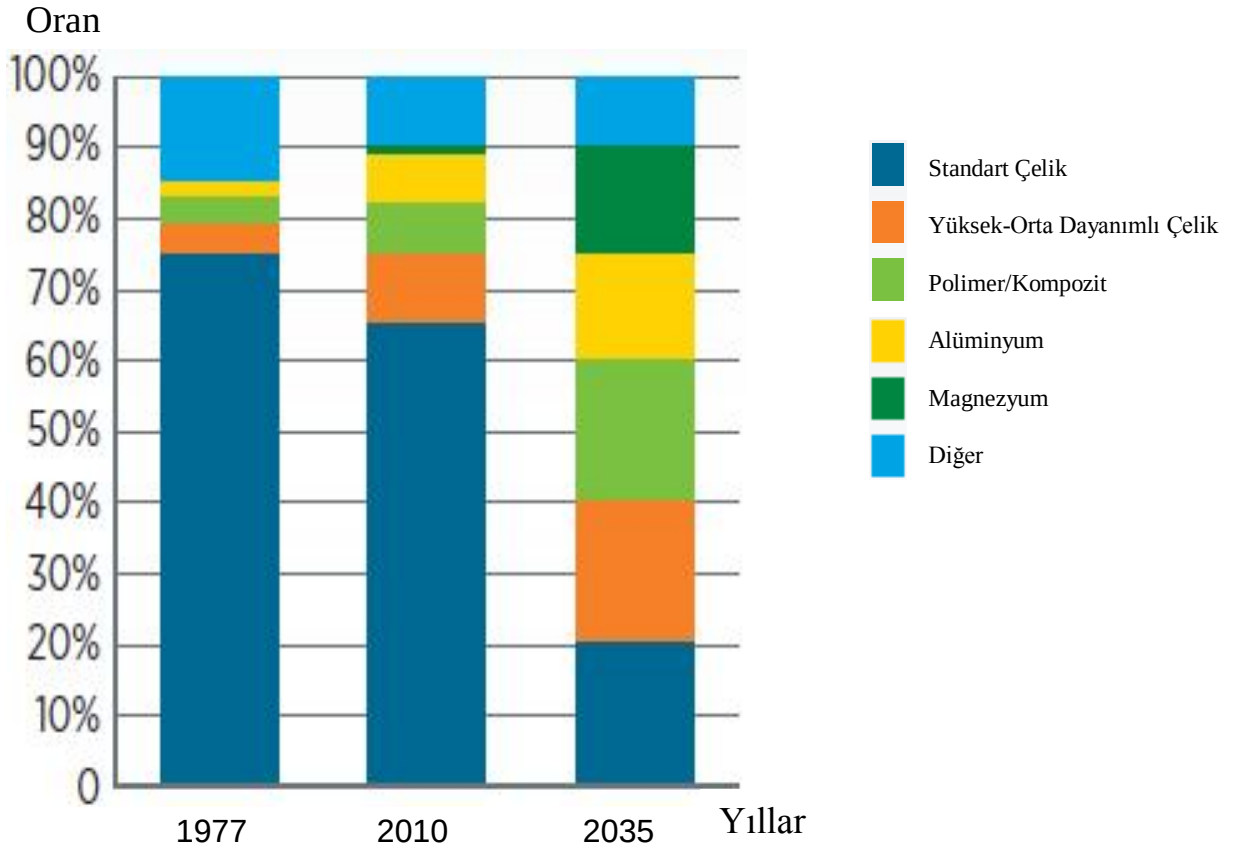
LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

1.1. Hafif ve Dayanıklı Malzeme İhtiyacı

İleri malzemeler, araçlarda emniyet ve performansı korurken yakıt tasarrufunu artırmak için çok önemlidir. Dökme demir ve geleneksel çeliklerin, yüksek dayanımlı çelik, magnezyum, alüminyum ve polimer kompozitlerle değiştirilmesi ağırlık dezavantajı olmadan ileri düzeyde egzoz gazı salınım kontrol ekipmanı, emniyet cihazları ve bütünlük elektronik sistemler taşıyabilmesine imkan vermektedir. Daha hafif malzeme kullanımı ile yakıt tüketimi de azalmaktadır. Örneğin bir araç ağırlığında %10 azalma %6-8 oranında yakıt tasarrufu sağlamaktadır.

Kısa dönem içerisinde hafif malzeme kullanımının ağır çelik parçalar yerine yüksek dayanımlı çelik, alüminyum veya fiber takviyeli polimer kompozitlerle mümkün olabilecektir. Daha uzun dönem içerisinde bazı parçalar için %50-75'lere varan oranda hafif malzeme kullanımına magnezyum ve karbon fiber takviyeli kompozitler gibi yeni jenerasyon hafif malzemelerle ulaşılması mümkün olabilecektir. Bu malzemeler özellikle elektrikle çalışan çeşitli araçlarda elektrik motoru ve pillerin ağırlığı nedeniyle bu araçların verimlilik ve yol alma mesafelerinin artırılmasında önemlidir.

ABD Enerji Bakanlığı araç teknolojileri programına bağlı malzeme teknolojileri alt programının hedefi ticari araçlarda ağır iş motorlarının verimliliğinin 2012'ye kadar %55'e kadar artırılması, yolcu araçları için araç gövde ve şasislerinde 2015'e kadar emniyet ve performansı muhafaza ederken uygun maliyetli %50'ye kadar ağırlık kazanımı sağlanması hedeflenmiştir. Şekil 1.1'de araçlarda geçmişte, günümüzde ve gelecekte kullanılan/kullanılması öngörülen malzeme oranları verilmiştir [1].



Şekil 1.1 Geçmişte, günümüzde ve gelecekte muhtemel olan araçlarda kullanılan malzeme miktarları [1]

Magnezyum, polimerlere göre daha dayanıklı, rijit, ısı kararlılık ve ısı iletkenliği, alüminyuma göre daha yüksek özgül dayanım, süneklik ve darbe dayanımı ve çeliklere göre daha iyi sönümleme ve çentik dayanımına sahip olmaları araçlarda kullanımları açısından üstün özellikleridir. Magnezyum kullanılarak titreşim ve gürültü için de olumlu iyileştirmeler yapılması mümkün olmaktadır. Magnezyum bu özellikleri ile ön plana çıkmaktadır.

Günümüzde yaklaşık 1525 kg.lık ortalama bir araç ağırlığında sadece 5 kg. magnezyum olan kullanım miktarının 2020 yılına kadar, 285 kg. demirli metal ve alüminyum yerine 154 kg. magnezyum kullanarak 131 kg. tasarruf edilmesi hedeflenmiştir. Özellikle aracın ön tarafında ağırlığın azalmasıyla ağırlık merkezinin bir az daha geriye gelmesi ile araç kullanımı daha güvenli hale gelebilecektir. Ortalama araç için kullanılan malzeme miktar ve oranları Tablo 1.1’de, araçlardaki magnezyum parçalar ise Tablo 1.2’de verilmiştir.

Tablo 1.1 Ortalama bir araçta kullanılan malzeme bilgileri [2]

Malzeme	Ağırlık Kg.	Oran %
Çelik ve Dökme Demir	973	63,8
Alüminyum	126	8,3
Polimer/Kompozit	116	7,6
Diğer	192	12,6
Kauçuk ve cam	113	7,4
Magnezyum	4,5	0,3

Tablo 1.2 Araçlarda kullanılan Magnezyum Parçalar [2]

	Orijinal Ağırlık (lb)	Orijinal Malzeme	Mg Ağırlık (lb)	Ağırlık Azalma (lb)
SASE				
4 Jant	65	Al	39	26
İskelet parçası	20	Celik	10	10
Motor beşiği	34,8	Al	23,7	11,1
Yakıt tankı engeli	8,7	Celik	5	3,7
Pedal parçası	2	Celik	1	1
Fren parçası	2,5	Celik	2	0,5
Direksiyon tekeri	2,5	Al	1,5	1
Direkler	4	Al	3	1
Direk parçaları	2	Celik	1,5	0,5
ABS Montaj parçası	1,3	Demir	0,9	0,4
İC				
Koltuk iskeleti (4)	44	Celik	16	28
Direk (2)	24	Celik	13	11
IP-X- araba direği	25	Celik	15	10
Dirsek desteği	10	Celik	6	4
Panel	8	Celik	5	3
Destekler	1	Celik	0,5	0,5
Kutu	1	Celik	0,7	0,3
GÜC ELEMANLARI				
Motor bloğu I 6	56	Al	33	23
Motor bloğu I 4	42	Al	23	19
Otomatik vites	42	Al	3	12
Emme manifoldu	22	Plastik	12	10
Aktarma kutusu	25	Al	15	10
Debriyaj kutusu	14	Al	7	7
Yağ karteri	9	Al	6	3
Motor montaj parçası	6	Demir	3	3
Alternatör parçası	5	Al	2,5	2,5
Kapak (2)	7	Al	5	2
Silindir kapağı	7	Al	5,7	1,3
Hava emme kutusu	6	Plastik	4	2
Yağ pompası kutusu	3	Al	2	1
Pompa parçası	1,5	Al	1,2	0,3
GÖVDE				
Kapı iç panelleri (4)	86	Celik	39	47
Radvator desteği	32	Celik	12	20
Ön parça	40	Celik	22	18
Kaldırma parçası	22	Celik	12	10
Ön cam çerçevesi	22	Celik	12	10
Tavan camı çerçevesi	11	Celik	6	5
Silgeci motoru desteği	3,5	Al	2	1,5
Avna kutusu	3	Cinko	2	1
Isık tutucu	1,5	Celik	1	0,5
Toplam	680		380	300

Magnezyumun araçlarda kullanımının artırılması için korozyonla ilgili araştırılması gereken temel konular arasında korozyona dayanıklı alaşım veya malzeme araştırmaları yapılması yer almaktadır. Korozyonun yapısal parçaların mekanik özelliklerine etkisi araştırılmasına ihtiyaç duyulan en önemli konuların başında gelmektedir.

Toz metalurjisi ile üretilen magnezyum ürünlerle ilgili olarak, magnezyum tozlarının ekstrüzyonu ile elde edilecek ürünlerin sinterlenmiş alüminyumda olduğu gibi yüksek sıcaklıklarda çok önemli mekanik özellikleri olabileceği değerlendirilerek araştırılmasına ihtiyaç olan diğer bir önemli konudur. Yüksek sıcaklıklara dayanıklı magnezyum esaslı mikro ya da nano kompozitler ve alaşımlar geliştirilerek özelliklerinin belirlenmesine ihtiyaç bulunmaktadır [2].

Şekil 1.2 ve 1.3’de magnezyumun gelecekte araçların ön ve üst kısımlarında potansiyel uygulama alanları verilmiştir [3].



Şekil 1.2 Araçların ön kısmında potansiyel magnezyum uygulama alanları [3]

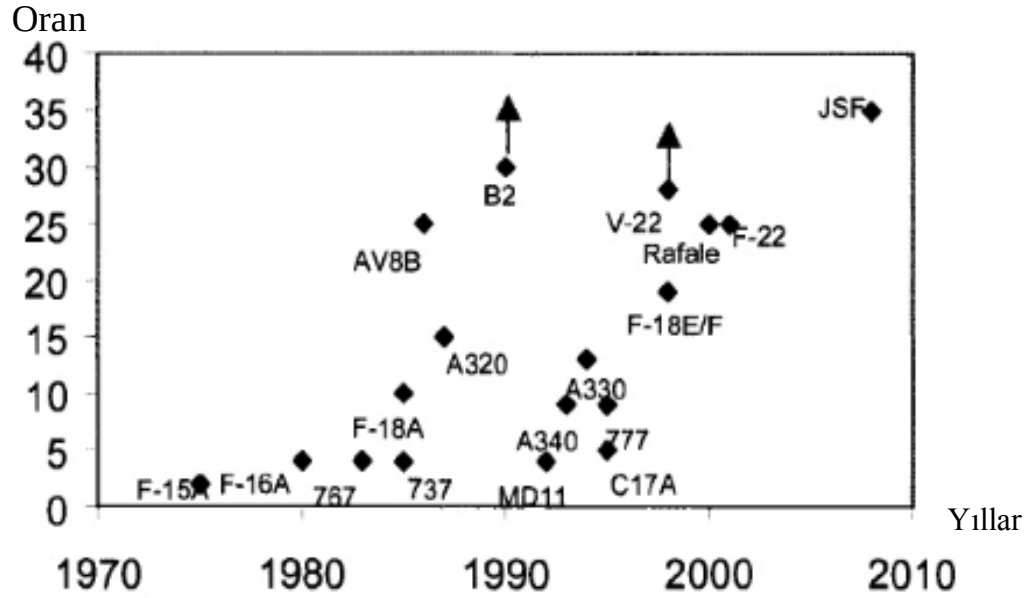


Şekil 1.3 Araçların ön ve üst kısımlarında potansiyel magnezyum uygulama alanları [3]

Magnezyumun hafif malzeme uygulamalarında kullanılabilmesi için bu malzemelerin düşük maliyetli üretimi ve performanslarının tahmini için üretim yöntemlerinin ürün özelliklerine etkilerinin anlaşılmasına ihtiyaç duyulmaktadır. Araçların bir çok malzemeden oluşması nedeniyle bağlantı noktalarında oluşabilecek korozyonun önlenmesi en çok araştırılan önemli konulardan biridir. Korozyonla ilgili yapılan çalışmada en çok korozyona uğrayan magnezyum alaşımlarının sırasıyla AZ61, AZ31 ve AM60 olduğu tespit edilmiştir. Diğer bir çalışmada yeni araçlarda kullanılan iskelet ve gövdenin birleşik olduğu araç yapılarında alüminyum ekstrüzyon yerine magnezyumdan üretilmiş ön iskelet yapılarında çarpışma anında güvenlik ve korozyon açısından eksiklikler olduğu tespit edilmiştir. Magnezyum esaslı malzeme geliştirme çalışmalarından elde edilecek malzeme özellikleri verilerine göre araç tasarımları yeniden gerçekleştirilerek emniyet ve performans standartlarının korunması planlanmaktadır [3].

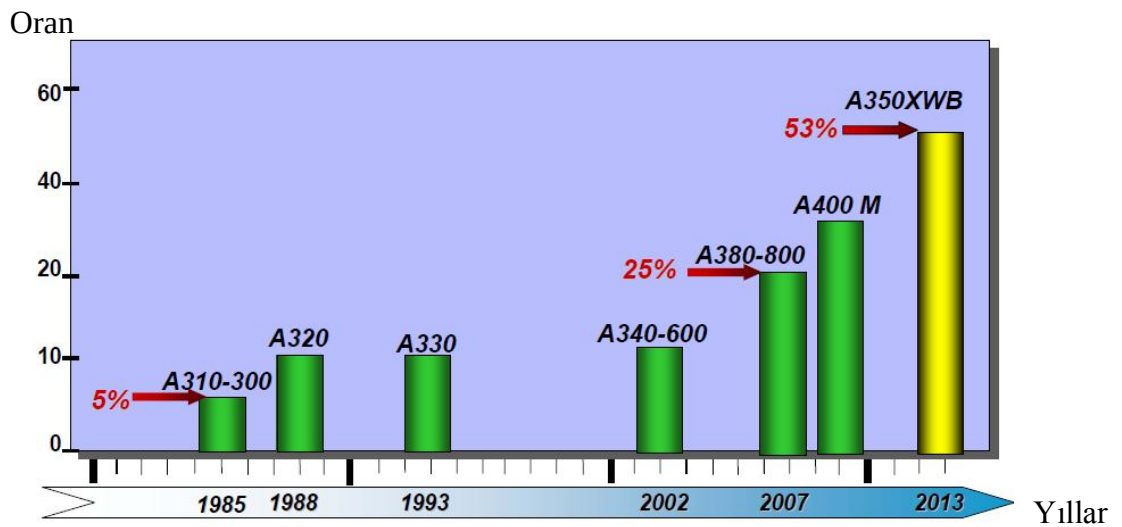
Hafif ve dayanıklı malzemelerin havacılık endüstrisinde kullanım ihtiyacı bilinen bir durumdur. Uzay ve havacılık endüstrisinde kullanılan malzemelerin performans koşullarının yüksek olması ve maliyetin daha geri planda tutulması hafif ve dayanıklı malzeme geliştirme çalışmalarını destekleyen ve geliştiren unsur olmuştur [4]. Metal matriksli kompozitlerin geliştirilmesini sağlayan ve teşvik eden uzay ve havacılık sektöründe yapılan araştırmalarla başlayan ve daha sonra malzeme ve üretim maliyetlerinin azalması, hız, kullanım etkinliği, verimlilik, stratejik üstünlük gibi maliyetlerin katlanılmasını gerektirecek koşulların daha fazla olması uygulama imkanlarını her geçen gün daha da artırmaktadır. Şekil 1.4'te seçilen uçak tipleri için

kompozit malzeme oranları verilmiş olup, geçmişten günümüze geldikçe artan oranda kompozit malzeme kullanımı görünmektedir. F-18 uçağı A ve E/F modellerinde görüldüğü üzere aynı uçak tipi için kullanılan kompozit malzeme oranları yaklaşık 15 yıl içerisinde kayda değer bir artış göstermiştir.



Şekil 1.4 İleri kompozitlerin uçaklarda kullanım oranları [4]

Yine aynı şekilde son 25 yıl içerisinde Airbus firması tarafından üretilen uçaklardaki kompozit malzeme kullanım yüzdelerinin (ağırlıkça) son yıllarda artan bir ivmeye sahip olduğu Şekil 1.5'te görülmektedir [5]. Ekonomik, stratejik ve yapısal etkenler nedeniyle kompozit malzeme kullanım imkanlarının artması ile bu artışlar devam edecektir.



Şekil 1.5. Airbus Uçakları Kompozit Malzeme Kullanım Oranları [5]

Tablo 1.3'te belirtilen faktörler yeni malzeme geliştirme çalışmalarını artırmakta önemli etkenlerdir [6]. Bu faydaları sağlayacak malzemelerin geliştirilmesi ile yakın gelecekteki ileri kompozit malzeme uygulamaları artacaktır.

Tablo 1.3 Havacılıkta Kullanılacak Gelişmiş Malzeme İçin Teşvik Edici Faktörler [6]

* Ağırlık Azalması	* Artan Performans
Artan Mesafe Azalan Yakıt Maliyeti Daha Fazla Yük Artan Manevra Kabiliyeti	Daha Pürüzsüz Daha Aerodinamik Biçim Özel Havacılık Özellikleri Artan Sıcaklık Kabiliyetleri Artan Hasar Toleransları Azalan Farkına Varılabilirlik
* Düşük maliyet	
Azalan Üretim Maliyeti Artan Uçuş-Satın Alma Oranı	* Azalan Ömür-Destek Maliyeti Yorulma ve Korozyon Dayanımı
Azalan Montaj Maliyeti	Mekanik Hasar Dayanımı

Hafif ve yüksek dayanımlı malzemelerin geliştirilmesiyle elde edilecek yeni kompozit malzemeler hangi amaçla geliştirilmiş olursa olsun, elde edilen yeni kompozit malzemelerin özelliklerine uygun olarak hem kara hem de hava araçlarında geliştirme potansiyeline sahip yerlerde kullanılacaklardır. Magnezyumun düşük yoğunluğu, yüksek özgül dayanımı, yüksek sönümleme kapasitesi, oldukça iyi döküm ve işlenme özellikleri ile en iyi hafif metal malzeme olarak öne çıkmaktadır. Yüksek sıcaklıkta azalan mekanik dayanımları ve korozyon hassasiyetlerinin uygun bir takviye elemanı seçilerek geliştirilecek, dayanımı artırılmış magnezyum esaslı kompozit malzemenin kara ve hava araçlarında kullanılmak için en uygun malzeme olacağı görülmektedir.

Karbon nanotüplerin nano boyutları, düşük yoğunlukları ve yüksek mekanik özellikleri ile çok iyi bir takviye elemanı olacağı görülmektedir. Magnezyum alaşımı ile KNT bağlanma mekanizmaları incelendiğinde, alaşım ile KNT arasında boşluk ve yeni fazlar görülmediği ve magnezyum alaşımlarının KNT'lerin yüzeyini kaplama kabiliyetinin yüksek olduğu ve karbür türevlerinin meydana gelmesine neden olacak kimyasal reaksiyonlar oluşmadığı belirlenmiştir. Üretim yöntemi, şekli ve yapısı gibi değişik faktörlere göre özellikleri değişmekle birlikte Tablo 1.4'te örnek bir karbon nanotüp için özellikler verilmiştir [7].

Tablo 1.4 Karbon nanotüp özellikleri [7]

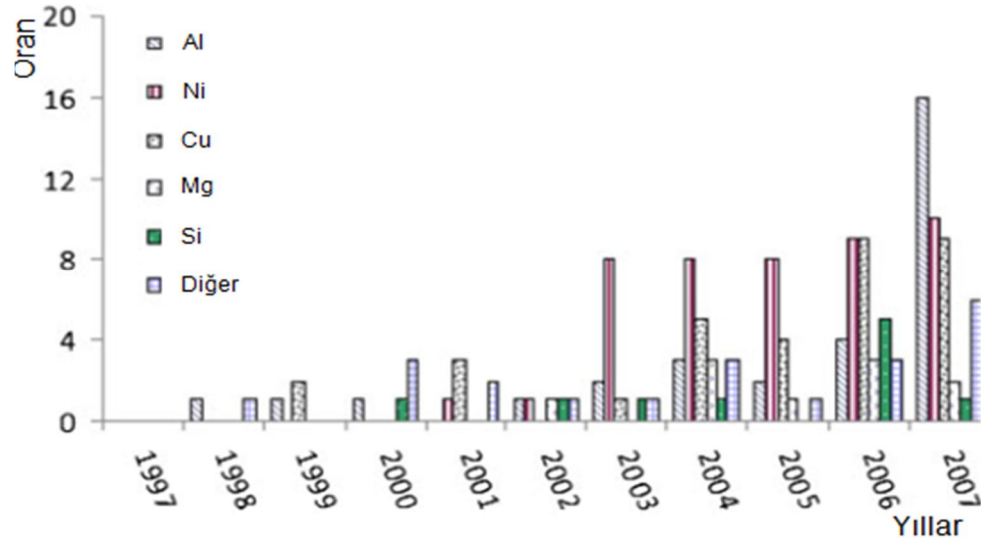
Özellik	Birim	Değer
Yoğunluk	Kg/m ³	2000
Çap	nm	150
Uzunluk	µm	10~20
Elastik modül	GPa	100~700
Çekme Dayanımı	GPa	0,5~2,2
Isı iletkenliği	W/mK	1260

Karbon nanotüplerin keşfedildikleri 1991 yılından bu yana son yıllarda hızla azalan fiyatları ile kullanılabilirliği de hızla artmaktadır. Zyvex firması ürettiği insansız deniz araçlarında karbon nanotüpleri kullanarak çok daha hafif, ve yüksek menzil ve manevra kabiliyetine sahip araç ürettiğini belirtmiştir [8]. Üstün özellikleri ile birçok alanda kullanımları konusunda çalışmalar yapılmakla birlikte üretim maliyetlerinin düşürülmesi konusunda çalışmaların başarıya ulaşması ile çok yaygın olarak kullanılacakları açıktır. Honda karbon nanotüplerin üretimi esnasında özelliklerini kontrol etmeyi ve üretimini artırmayı başardığını ve bunun kullanımını artıracığını ifade etmiştir [9]. NASA tarafından yürütülmekte olan bir proje ile karbon nanotüplerin üretim yöntemlerinin geliştirilmesi ve yüksek özgül dayanım özelliği nedeniyle uzay araçlarında kullanılarak uzay araçlarının ağırlığında %50'ye varan azalma sağlanması hedeflenmektedir [10]. Halen üretim yöntemleri üzerine önemli firma ve kuruluşlar tarafından yoğun bir şekilde çalışılıyor ve yeni gelişmeler yaşanıyor olması çalışmalarda elde edilen ve edilecek olan gelişmeler ile karbon nanotüplerin yakın gelecekte oldukça yaygın olarak kullanılacağını göstermektedir.

1.2. Magnezyum Alaşımları ve Magnezyum Matrisli Kompozitler

Magnezyumun alüminyumdan daha hafif olması ve özgül dayanım değerleri gibi yukarıda değinilen birtakım üstün özellikleri nedeniyle gelecekte daha hafif malzeme ihtiyaçlarını karşılamak için hafif ve yüksek dayanımlı kompozit malzemelerinin üretiminde en önemli malzemeler arasında yer alması öngörülmektedir. Magnezyumun yoğunluğuna yakın bir yoğunluğa sahip olan karbon nanotüplerin yüksek dayanım değerleri ve nano boyutları ile magnezyumun özelliklerini geliştirirerek hafif ve yüksek dayanımlı ileri kompozit malzeme geliştirilmesi için oldukça uygun bir takviye elemanı olduğu görülmektedir.

Magnezyum ve karbon nanotüplerin yüksek potansiyellerine karşın günümüze kadar yapılan karbon nanotüp takviyeli kompozit malzeme araştırmaları oldukça yetersizdir. Karbon nanotüp takviyeli metal matrisli kompozitlerle ilgili literatürde yapılan çalışmaların yıllara göre dağılımı Şekil 1.6’te verilmiştir.



Şekil 1.6 Karbon nanotüp takviyeli metal matrisli kompozitlerle ilgili yapılan çalışmalar [11]

Şekil 1.5’te KNT takviyeli magnezyum matrisli metal kompozitlerle ilgili yapılan çalışmaların sınırlı sayıda olduğu görülmektedir [11].

KNT takviyeli magnezyum matrisli metal kompozitler, toz metalurjisi, döküm, termal sprey, kimyasal ve fiziksel buhar biriktirme gibi yöntemler kullanılarak üretilmektedir. Yapılan çalışmalar incelendiğinde, KNT’lerin hidrojen depolama özelliğini incelemek üzere, KNT ve magnezyum tozları bilyalı öğütücüyle karıştırılarak 48 saat hidrojen gazı altında öğütülerek oluşan reaksiyon sonucu KNT ve MgH_2 elde edildiği, ancak H_2 depolama miktarının önemli derecede artmadığı tespit edilmiştir [12]. KNT’ler proses kontrol ajanı kullanılarak etanol içerisinde dağıtıldıktan sonra parçacık halindeki magnezyumlar ilave edilerek karıştırılmıştır. Daha sonra solüsyon içerisindeki etanol buharlaştırılarak karışım $650^{\circ}C$ ’de eritilmiştir. Gerçekleştirilen basma testi sonucu mukavemetinde % 36 iyileşme elde edilmiştir [13]. AZ31 alaşımı $750^{\circ}C$ ’de eritildikten sonra % 0,5 oranında KNT ile takviye edildikten sonra ekstrüze edilmiştir. Elde edilen kompozit malzemenin maksimum çekme gerilmesinde sadece % 3 oranında bir iyileşme elde edilebilmiştir [14]. Asitle muamele edilmiş KNT’ler nano boyuttaki silisyum tozlarıyla bilyalı öğütücü ile karıştırıldıktan sonra $700^{\circ}C$ ’de eritilmiş olan AZ 91 ile

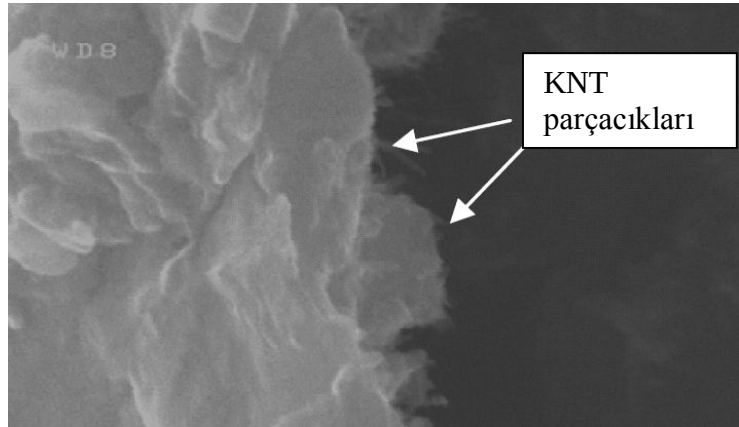
karıştırılarak elde edilen kompozitlerin çekme mukavemetinin % 40'ın üzerinde iyileştiğini iddia etmişlerdir [15]. Dökümle üretilen % 0,55 oranında Nikel kaplanmış karbon nanotüp takviyeli magnezyum kompozitin çekme dayanımında %150 artış olduğu gözlenmiştir. Diğer bir çalışmada ise magnezyuma % 0,10 oranında karbon nanotüp takviyesi ile basma dayanımında %36 artış elde edilmiştir [11].

Magnezyumda takviye elemanı olarak ucuz olmaları nedeniyle kullanılan mikron boyutundaki SiC gibi seramik tozları kullanılarak geliştirilen kompozitlerin çekme dayanımı ve sünekliklerinde monolitik magnezyuma göre azalma gözlenmiştir. Bu duruma sebep olarak parçacık kırılması ve parçacık-matris ara yüzey hatasının neden olduğu belirlenmiş ve bu sorunların giderilmesi ve daha iyi özellikler elde edilmesi için nano boyutta yapılan takviyelerle daha iyi ürün özellikleri elde edildiği görülmüştür. Toz metalurjisi ile % 0,06; 0,18 ve 0,30 oranlarında çok duvarlı karbon nanotüp (KNT) kullanılarak basınçla preslenip argon gazı altında 2 saat sinterlendikten sonra sıcakta 20,25:1 oranında ekstrüze edilerek elde edilen numunelerin özellikleri Tablo 1.5'da verilmiştir.

Tablo 1.5 KNT takviyeli magnezyum nanokompozitlerin özellikleri [16]

KNT (%)	Yoğunluk (g/cm ³)	Gözeneklilik (%)	T.Gen.Kat. (x10 ⁻⁶ C)	Sertlik (HR15T)	0,2 % Ak.Day. (MPa)	Kop.Day. (MPa)	Süneklik (%)
0	1,738	0,12	28,57	45	27±5	205±4	9±2
0,06	1,738	0,25	27,17	44	133±2	203±1	12±1
0,18	1,737	0,83	26,19	44	138±4	206±7	11±1
0,30	1,736	1,15	25,90	44	210±5	210±6	8±1

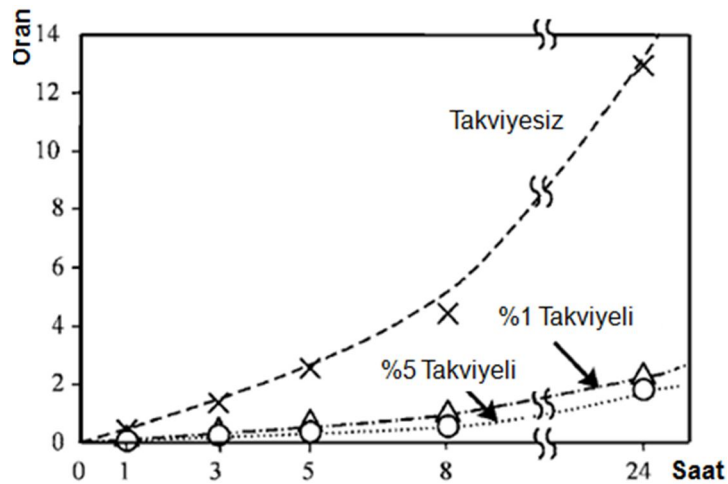
Sonuçlardan görüldüğü üzere KNT oranı arttıkça termal genleşme katsayısı azalmakta buda termal olarak daha kararlı olduklarını göstermektedir. Aynı şekilde artan KNT oranı ile akma dayanımı artmakta iken süneklikte % 0,06 oranından sonra azalma görülmektedir. Magnezyum matriks üzerine bağlanmış KNT'lerin homojen olarak dağıldığı Şekil 1.7'de görülmektedir. Ayrıca, nadiren homojen olmayan KNT yığınları gözlemlendiği bildirilmektedir [16].



Şekil 1.7 Magnezyum Matris yüzeye bağlanmış homojen dağılmış ve yığın oluşturmeyan KNT'ler [16]

Korozyon dayanımının az olması daha öncede basedildiği üzere magnezyumun daha yaygın kullanımını engelleyen en önemli özellikler arasında gelmektedir. Magnezyum alaşımı AZ91D'nin %1 ve 5 oranlarında KNT ile takviye edilmesi ile elastik modülde %25 çekme dayanımında %11 artış sağlanmış ve korozyon dayanımı da oldukça artmıştır. Numuneler 550°C'de 25,5 MPa basınç altında sıcak preslendikten sonra 450°C'de 9:1 oranında ekstrüze edildikten sonra 6 mm çapında çubuk haline getirilerek 410°C'de 15 dakika solüsyonla muamele edilip 200°C'de 15 saat yaşlandırılarak elde edilmiştir.

Şekil 1.8'de verilen %3 tuzlu suda takviyesiz ve % 1 ve 5 KNT takviyeli kompozitlerin ağırlık kaybı oranlarından görüleceği üzere korozyon dayanımı takviye edilmiş kompozitlerde oldukça artmıştır. Elde edilen veriler otomobil sektöründe KNT takviyeli magnezyumun muhtemelen en iyi hafif malzeme adayı olduğunu göstermektedir [17].



Şekil 1.8 Korozyon deneyi sonucu malzeme ağırlık kaybı oranları [17]

Karbon nanotüp takviyeli metal matrisli kompozitlerin potansiyel uygulamaları Tablo 1.6’da verilmiştir.

Tablo 1.6 Potansiyel karbon nanotüp takviyeli kompozit uygulamaları [17]

Endüstri	Uygulama	İstenen Özellikler
Otomobil	Fren pabuçları, silindir gömlekleri, sekman, dişliler	Yüksek dayanım, aşınma dayanımı, ısı iletkenliği, düşük yoğunluk
Havacılık	Frenler, iniş takımları	Aşınma dayanımı, ısı iletkenliği, düşük yoğunluk, yüksek dayanım
Uzay	Yüksek anten direkleri	Düşük yoğunluk, yüksek dayanım, düşük ısı genleşme katsayısı, elektrik iletkenliği
Spor	Bisikletler, raketler	Yüksek dayanım, yüksek elastik modülüs
Elektronik Ambalaj	Isı yönetimi için soğutucu	Isı iletkenliği, düşük ısı genleşme katsayısı, yüksek dayanım
Pil ve Enerji Depolama	Mikro çubuk ve dişliler, anotlar, hidrojen depolama malzemeleri	Yüksek elastik modülü ve yüzey alanı, yüksek akım yoğunluğu, yüksek H ₂ emme ve geri çıkarma oranı

Nadir toprak elementlerinin magnezyum alaşımlarına ilave edilmesiyle %1’den daha az oranlarda bile tokluk, çekme dayanımı, yüksek sıcaklık dayanımı ve sürünme dayanımı gibi malzeme özelliklerinde önemli artışlar sağladığı görülmüştür [18, 19, 20].

1.3. Karbon Nanotüplerin Matris İçerisinde Dağıtılması

Matris malzemesine KNT’nin yukarıda bahsedilen özelliklerinin aktarılacak matris malzemesinden daha iyi özelliklere sahip bir kompozit malzeme geliştirilebilmesi temel olarak KNT’lerin matris içerisinde homojen olarak dağılmasına bağlıdır. KNT’ler, nano boyutlara sahip olması nedeniyle oldukça geniş yüzey alanına sahip olduğundan Van der Waals kuvvetleri nedeniyle topaklanırlar. Bu kuvvetler nedeniyle homojen olarak dağıtılmış KNT’ler de tekrar topaklanma eğilimindedir. KNT takviyeli metal matrisli kompozitlerin toz metalurjisi yöntemiyle üretilmesinde KNT’lerin toz halinde bulunan matris malzemesi içerisinde homojen olarak dağıtılması gerekmektedir. KNT’lerin dağıtılmasında kullanılan yöntemler katı ve sıvı yöntemler olarak ikiye ayrılabilir. Katı karıştırma yöntemlerinden en yaygın şekilde kullanılanı bilyalı öğütme yöntemidir [21].

Literatür çalışmalarında bilyalı öğütme yöntemiyle alüminyum [22, 23] magnezyum [24, 25] ve bakır [26] metal tozlarının KNT ile karıştırılmasıyla metal matrisli kompozit malzeme üretim çalışmaları yapıldığı görülmektedir.

Sıvı karıştırma yöntemi genellikle polimer matrisli kompozit malzemelerin üretilmesinde kullanılmış olmakla birlikte önemli miktarda KNT takviyeli metal matrisli kompozit malzeme üretiminde de kullanılmıştır. Sıvı karıştırma yöntemi, herhangi bir karıştırma tekniği kullanılarak KNT yığınlarını bir arada tutan enerjiden daha büyük mekanik enerjinin sıvı içerisine gönderilmesi olarak tarif edilebilir [27]. Enerjinin gönderildiği ortam sıvı olup karıştırma tekniği genellikle mekanik veya ultrasonik karıştırma işlemi uygulanması şeklindedir. Homojen karışımları elde edebilmek için etkili sıvı ve prosesler üzerinde çalışmalar yapılmıştır [28, 29]. Ayrıca KNT'lerin Van der Waals kuvvetleri nedeniyle tekrar topaklanmasını engellemek ve karışımın stabil halde kalmasını sağlamak için proses kontrol ajanları da yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [30, 31]. Proses kontrol ajanı olarak kullanılan surfaktantlara örnek olarak dodecylbenzenesulfonic acid ve cetyltrimethylammonium bromide [32], sodium dodecylbenzene sulfonate [33], Triton X-100, Tween 20-80 [30], Sodium Dodecyl Sulfate [29, 34], stearic acid [35] verilebilir. KNT'lerin modifiye edilmesinde polivinylpyrrolidone ve polystyrene sulfonate gibi polimerler de kullanılmaktadır [36]. KNT'lerin karışabilirliğinin artırılması konusunda yapılan çalışmalarda asitle muamele yoluyla KNT yüzeylerinin modifiye edilmesinde kullanılan yöntemlerden birisidir [37]. Ancak asit muamelesinin KNT'lerin kışalmasına neden olması termal elektrik ve mekanik özelliklerini önemli derecede azaltmaktadır [38].

Yapılan çalışmalar genel olarak değerlendirildiğinde, kullanılan sıvı, proses kontrol ajanı ve asitle muamele ile oksidasyon yapılmasının homojen karışma özelliğine olan etkilerini aynı çalışma içerisinde değerlendirmeye imkan verecek geniş çaplı bir çalışma olmadığı görülmüştür. Araştırmacılar sıvı, proses kontrol ajanı ve asitle muamele işlemlerinin etkilerini ayrı ayrı çalışmalarda incelemişlerdir. Sınırlı sayıdaki çalışmalarda ise asitle muamele edilmiş KNT'lerin polar ve polar olmayan sıvılar içerisinde karıştırılması [39] ve yüzey modifikasyonunda polimer ve surfaktant kullanılması [38] gibi iki faktörün etkileri incelenmiştir.

1.4. Karışım Tasarımı

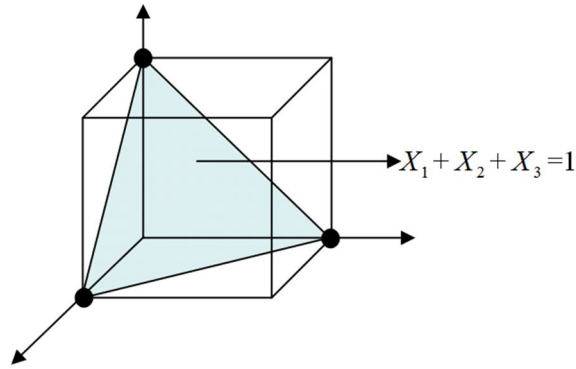
Kullandığımız birçok ürün bileşenler olarak adlandırılan birtakım malzemelerin karışımından meydana gelmektedir. Karışımlardan oluşan her bir ürün en az iki bileşenden meydana gelmekte ve kullanacağımız yere ve amaca göre istenilen özelliklere sahip ürünü elde etmek için bileşenler karıştırılmaktadır. Ürünün özellikleri kullanılan bileşenlerin oranlarına bağlı olduğundan ürün özellikleri bu bileşenlerin oranlarının bir fonksiyonudur. Ürün özelliklerinin karışım miktarına, bileşen miktarına bağlı olduğu gibi farklı yaklaşımlar olsa da en çok kabul gören ve yaygın olarak kullanılan yaklaşım bileşen oranı yaklaşımıdır.

Karışımlardan meydana gelen bu tür ürünlere araç lastikleri, metal alaşımlar, boyalar, asfalt örnek olarak verilebilir. Teorisi ve uygulanmasıyla ilgili detayları aşağıda verilen karışım tasarımı; bileşen miktarı, finansal imkanlar, bileşenler üzerinde kısıtların olup olmadığı gibi mevcut şartlara uygun olarak oluşturulur. Tasarım noktalarına göre ürünler üretilir ve elde edilen veriler ürün özelliklerini tahmin etmek için iyi tahmin yapabilen istatistiksel açıdan yeterli modellerin oluşturulmasında kullanılır. Bu modellerle istenen özelliklere sahip olan ürünü elde etmek için en uygun bileşen oranları belirlenir. Başka bir deyişle herhangi bir bilimsel yaklaşıma dayanmayan ve yaygın olarak kullanılan tecrübeye dayalı deneme yanılma yöntemi yerine matematiksel bir model geliştirilerek her bir bileşen oranı için ürün özelliklerini tahmin edebilen istenen özelliklere sahip en iyi ürünü elde etme imkanı veren bir yöntem kullanılarak hedeflenen ürün elde edilebilecektir.

Karışım tasarımı yaklaşımında ürün bileşenlerin oranlarına bağlı olduğuna göre bileşen oranlarının toplamı “1” olacaktır. Buna göre, q adet bileşen bulunan bir karışımda X_i , i'nci bileşenin oranını olduğuna göre,

$$0 \leq X_i \leq 1, \quad i=1,2,\dots,q, \quad \text{ve} \quad \sum_{i=1}^q X_i = 1 \quad (1.1)$$

şeklinde ifade edilebilir. Bu durumda geçerli bileşen oranlarını gösteren karışım uzayı q-1 boyutlu bir şekil alacaktır. Şekil 1.9'da üç adet bileşen bulunan bir karışım için karışım uzayı koordinatlar üzerinde gösterilmektedir. Görüldüğü üzere karışım uzayı iki boyutlu olmaktadır.

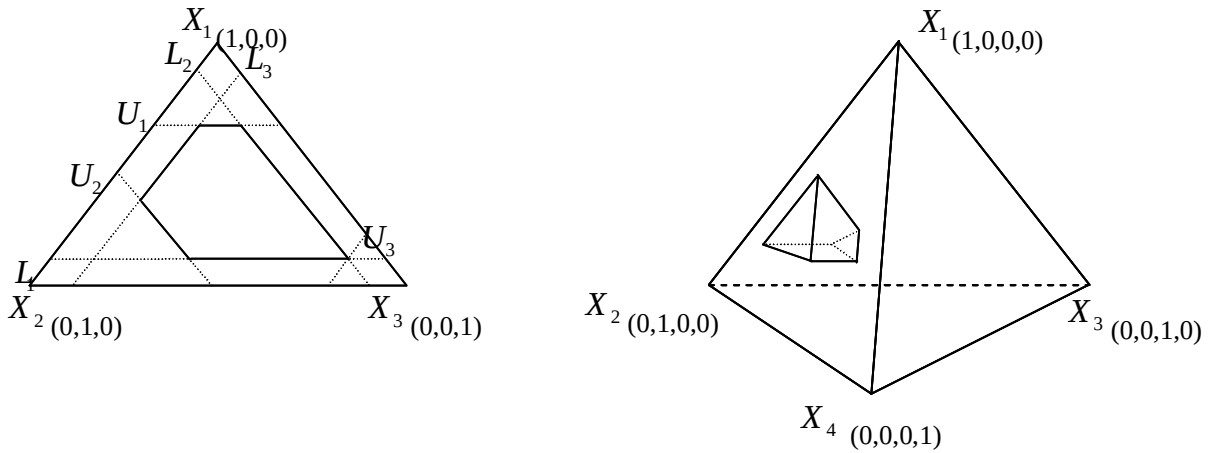


Şekil 1.9 Üç bileşen bulunan karışım uzayı.

Bazı karışım ürünlerinde bileşenlerden bir kısmında veya tamamında maliyet, istenen özelliklere olan etkileri, karışabilirlik gibi bir takım gerekçelerle alt ve üst sınırlar belirlemek gerekebilir bu tür durumlarda alt sınır (L_i) ve üst sınır (U_i) ile gösterildiğinde;

$$0 \leq L_i \leq X_i \leq U_i \leq 1, \quad i = 1, 2, \dots, q, \quad \text{ve} \quad \sum_{i=1}^q X_i = 1 \quad (1.2)$$

ifadesini kullanmak gerekecektir. Alt ve üst sınırların bulunduğu durumlarda 3 ve dört bileşenli karışım uzayı için örnekler ise Şekil 1.10'da verilmiştir [40, 41].



Şekil 1.10 Üç ve dört bileşenli karışım uzayları [40, 41].

Karışım tasarımları genel olarak standart ve standart olmayan karışım tasarımları olarak sınıflandırılabilir. Standart karışım tasarımlarına Simpleks Lattice, Arttırılmış Simpleks Lattice, Simpleks Centroid tasarımları örnek olarak verilebilir. Standart olmayan

karışım tasarımları ise bileşenlerin alt ve üst sınırlarının bulunduğu optimallik gibi kriterler kullanılarak gerçekleştirilen tasarımlardır.

Tasarımlarda kullanılacak modelin derecesine göre tasarım noktaları belirlenir. Tasarımda bulunan bileşen sayısına uygun olarak en yüksek derece modelin tercih edilmesi tasarım noktalarının ortak etkileşimleri tahmin etmek için yeterli olduğundan emin olunmasını sağlar. Böylece tercih edilen dereceye ait bileşen etkileşimleri ortaya çıkarılabilir.

Karışım tasarımı ile belirlenen tasarım noktaları için belirlenen bileşen oranlarında karışımlar için üretimler yapıldıktan sonra istenen özellikler ölçülerek veri setine ilave edilir. Elde edilen veriler kullanılarak ilgilenilen her bir özelliğe uygun tahmin modelleri geliştirilir [42]. Bu modeller kullanılarak yapılacak analizlerle; bileşenlerin istenilen özellikler üzerindeki etkilerinin anlaşılması sağlanarak istenilen özelliklere sahip ürün geliştirilebileceğini belirtmiştir.

Cornell ve Piepel [43] çalışma için yapılacak planlamanın başarılı olabilmesi için aşağıdaki aşamaların yerine getirilmesi gerektiğini belirtmişlerdir:

1. Hedeflerin belirlenmesi,
2. Üzerinde çalışılacak karışım bileşenleri ile varsa diğer faktörlerin belirlenmesi,
3. Karışım bileşeni veya diğer faktörlerde kısıt olup olmadığının belirlenmesi,
4. İstenilen özelliklerin belirlenmesi,
5. Karışım bileşenlerinin ve varsa diğer faktörlerin bir fonksiyonu olarak uygun bir model geliştirilmesi,
6. Modele uygun ve yeterlilik testine imkan veren bir deneysel tasarım seçimi.

Yukarıda teorisi ve uygulamaya yönelik bilgileri verilen karışım tasarımı yönteminin literatür güncellenmiş olmasına rağmen metal matrisli kompozit üretim ve sonuçlarının değerlendirilmesine yönelik yaygın olarak uygulanmadığı tespit edilmiştir. Hatta nano kompozitlerin üretimi konusunda yöntemin uygulandığı herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ancak aşağıda da görüleceği gibi yöntem farklı alanlardaki malzeme karışımlarını tasarlamak için uygulama alanı bulmuştur. Bu sebeple bu çalışma konusu malzeme geliştirme çalışmalarında da karışım tasarımı yönteminin kullanılabileceği

değerlendirilmiştir. Doğrudan ilgili olmasa da yöntemin uygulandığı bazı çalışmalar aşağıda özetlenmiştir.

Kukreja vd. [44] iki bileşenden oluşan lastik karışımın özelliklerinin optimizasyonunda istenen sonuçları elde ettiklerini ifade etmişlerdir. Bautista-Gallego vd. [45] bira mayası çökeltisinin büyüme özelliğine sodyum, potasyum, kalsiyum ve magnezyum klorid tuzlarından oluşan ve kısıtları bulunan bileşenlerin etkisini ölçmek için karışım tasarımı kullanarak yaptıkları çalışma sonucunda benzer oranlardaki farklı tuz karışımlarının etkilerinin farklı olduğunu tespit etmişlerdir. Schrevens ve Cornell [46] suda yetişen bitkiyi beslemek için kullanılacak ion karışımlarını farklı karışım tasarımı uygulamasıyla belirlemişlerdir. Borkowski ve Piepel [47] uniform tasarım adını verdikleri farklı bir yaklaşımla 3 bileşenli karışım ve 16 bileşenli atık cam karışımı problemlerinde uygulayarak başarılı sonuçlar elde edilebileceğini ortaya koymuşlardır.

Dingstad vd. [48] 3 farklı bileşenin 2 farklı proseste üretildiği bir sosis üretim problemiyle ilgili yaptıkları çalışmayla, bileşenlerin yanında prosesin de değiştiği problemler için başarılı bir uygulama örneği gerçekleştirmişlerdir. Benzer şekilde Sahni vd. [49] prosesin de değişken olduğu bir karışım tasarımını başarıyla uygulamışlardır. Toker vd. [50] kıvam arttırıcıların (gam) sütlü tatlının reolojik özelliklerine olan katkısını karışım tasarımı yaklaşımıyla incelemişlerdir. Benzer şekilde Doğan vd. [51] puding özelliklerinden bir kısmı için karışım tasarımı yaklaşımıyla optimal kıvam arttırıcı kombinasyonunu belirlemişlerdir. Furlanetto vd. [52] ilaçlarda kullanılan ve çözünme ve çözünürlük özelliklerini artıran mikroemulsiyon formülasyonlarını karışım tasarımı kullanarak optimize etmişler ve bir formülasyon belirlemişlerdir. Kaya vd. [53] karışım tasarımı kullanarak lastik esaslı bir sızdırmazlık elemanı için karışım tasarımı kullanarak bir malzeme karışım formülasyonu (reçete) geliştirmişlerdir. Çalışmalarında karışımda kullanılan malzemelerin incelenen ürün özelliklerine olan etkilerini detaylı olarak tartışmışlardır.

Yukarıda verilen örneklerden farklı olarak Şehirlioğlu ve Özler [54] tolerans dağıtma problemini karışım tasarımı kullanarak bu tür problemlerin de karışım tasarımıyla çözülebileceğini göstermişlerdir. Benzer şekilde Rüzgar [55] bireysel emeklilik fonlarında fon yapılarının belirlenmesinde karışım tasarımının uygulanması konusunda bir çalışma yapmıştır.

Yukarıdaki uygulama örneklerinden de anlaşılacağı üzere mikro ve nano boyutta malzemelerin karıştırılması başarıyla sağlanmıştır. Bu sebeple magnezyum matrisli karbon nanotüp ve seryum takviyeli kompozitlerin üretilmesinde yöntemin kullanılmasına cesaret edilmiş ve uygulanabilirliği başarıyla gösterilmiştir.

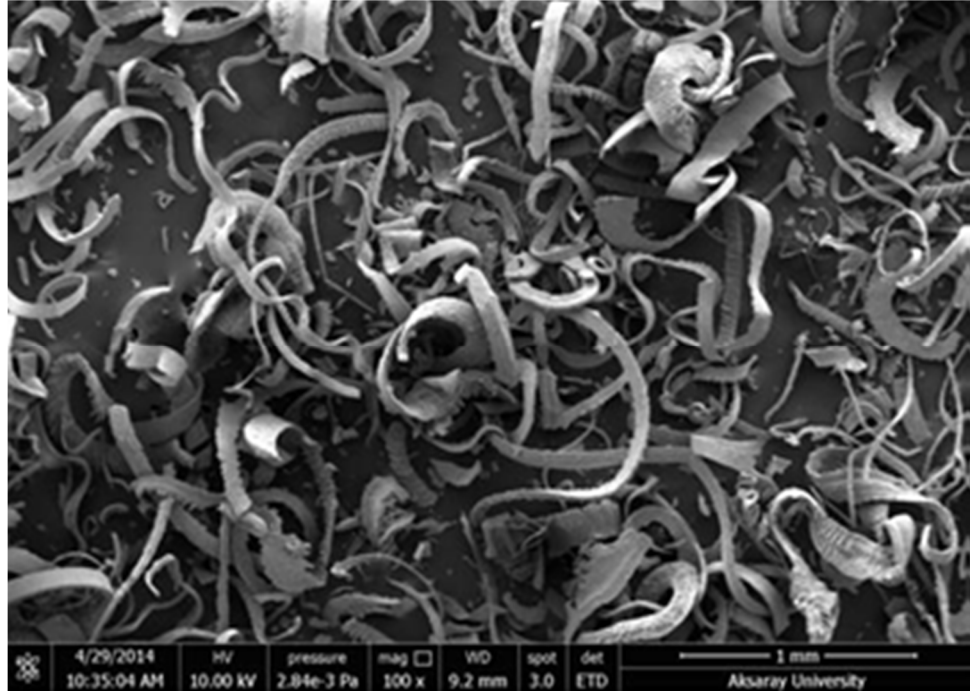
2. BÖLÜM

DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Gereç ve Yöntem

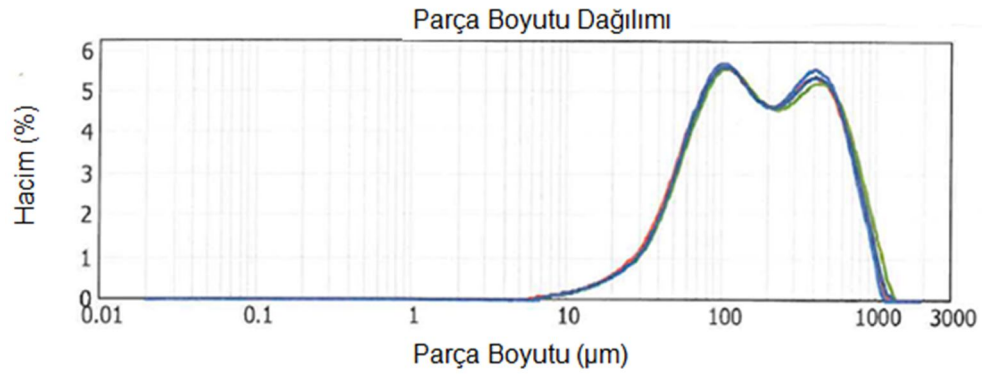
2.1.1. Malzemeler

Kompozit malzeme üretiminde matris malzemesi olarak magnezyum alaşımı, takviye elemanları olarak çok duvarlı karbon nanotüp (KNT) ve seryum kullanılacaktır. Matris malzemesi olarak kullanılmak üzere temin edilen magnezyum alaşımı talaşının Quanto Feg 250 ile elde edilen SEM (taramalı elektron mikroskobu) görüntüsü Şekil 2.1’de verilmiştir.



Şekil 2.1 Magnezyum Alaşım Talaşı SEM Görüntüsü

Magnezyum alaşımının tane boyutu analizinin grafiksel gösterimi Şekil 2.2’de verilmiş olup tane boyutu ortalaması 266 μm olarak hesaplanmıştır.



Şekil 2.2 Magnezyum Alaşımı Tane Boyut Dağılım Grafiği

Magnezyum alaşımının (MA) kimyasal içeriği (ağırlıkça %) Tablo 2.1’de verilmiştir.

Tablo 2.1 Magnezyum Alaşımı İçeriği

	Mg%	Al%	Zn%	Ca%	Si %	Mn%	S%	Fe%	K%	Diğer
MA	92.6	4.07	1.07	0.8	0.74	0.33	0.09	0.13	0.01	0.03

Magnezyum alaşımının kimyasal içeriği değerlendirildiğinde % 4 oranında alüminyum ve % 1 oranında çinko içerdiğinden AZ41 alaşımı olarak sınıflandırılabilceği değerlendirilmiştir.

Magnezyum alaşımı yurt dışından temin edildiğinden, temin sürecinde mekanik karıştırma yöntemi ön denemelerinde saf magnezyum tozu (<100 µm) kullanılmıştır. Kullanılan magnezyum tozunun SEM görüntüsü Şekil 2.3’de verilmektedir.



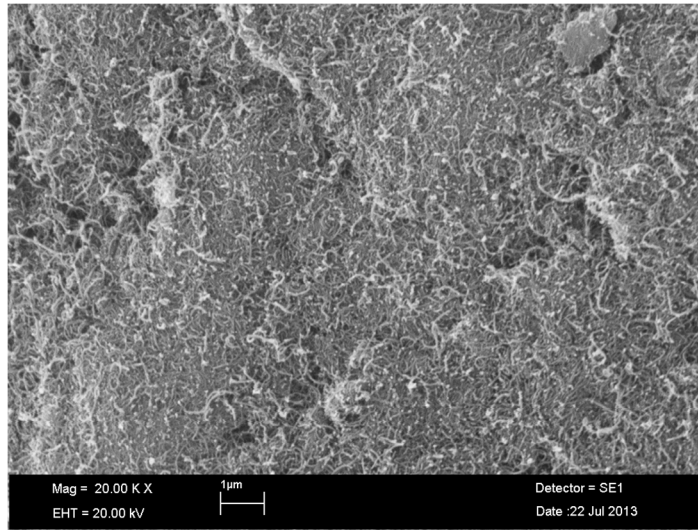
Şekil 2.3 Magnezyum tozu SEM görüntüsü.

Takviye elemanı olarak kullanılacak olan KNT'lerin üretici firma tarafından verilen özellikleri Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2 KNT Özellikleri

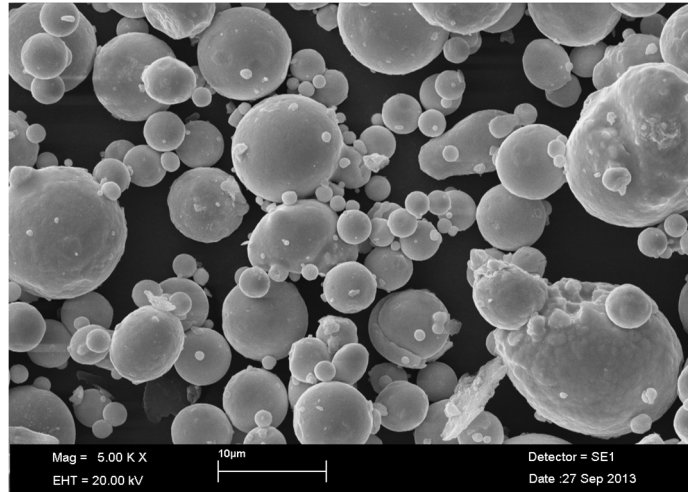
	<u>Safılık</u>	<u>Dış Çap</u>	<u>İç Çap</u>	<u>Uzunluk</u>
KNT	> %95	5-20 nm	4 nm	1 - 10 μm

KNT'ler Van der Waals kuvvetinin etkisiyle yığınlar halinde olup bir yığın yüzeyine ait SEM görüntüsü Şekil 2.4'de verilmiştir.



Şekil 2.4 KNT yığın yüzeyi SEM Görüntüsü

Diğer bir takviye elemanı olarak kullanılacak olan Seryum -325 mesh (<44 μm) olarak temin edilmiştir. Seryum tozuna ait SEM görüntüsü Şekil 2.5'de verilmiştir.



Şekil 2.5 Seryum tozu SEM Görüntüsü

2.1.2. İmalat Yönteminin Belirlenmesi

İmalat prosesinin belirlenmesinde aşılması gereken en önemli zorluk olarak nano boyutta olmaları nedeniyle KNT homojen karışımının sağlanması ön plana çıkmaktadır. KNT'lerin homojen karışımı ile ilgili olarak farklı malzeme ve yöntemlerle ilgili çalışmalar da gözden geçirilmiş ve mekanik ve ultrasonik karıştırma ile ilgili çalışmalardan bir kısmı aşağıda verilmiştir.

Homojen karışımın elde edilmesi için karıştırma yöntemine yönelik çalışmaların ardından karıştırma sonrası tozların sıkıştırılması ve ekstrüze edilmesiyle ilgili çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

2.1.2.1. Karıştırma Yönteminin Belirlenmesi

Karıştırma yöntemleri konusunda literatür çalışmaları incelendiğinde; Choi vd. [56] KNT takviyeli Alüminyum matrisli kompozit üretim çalışmalarında KNT'yi amorf karbon parçacıklarından arındırmak için hidroklorik ve nitrik asit karışımı ile yıkadıktan sonra attritorde 5 mm çapında bilye ile 15:1 bilye toz oranında (BTO) paslanmaz çelik kap içerisinde %4,5 ağırlık oranında karıştırdıkları görülmüştür. Karıştırma öncesi %1 ağırlık oranında stearik asidi soğuk kaynama olmasını önlemek amacıyla karışıma ilave etmişlerdir. Çalışmaları sonucunda 1 saat karışım sonrası KNT yığınlarının alüminyum tane yüzeylerinde görüntülemişler ve 3 saat karışım sonrası KNT'lerin zamanla matrisin plastik deformasyonu nedeniyle tozların içine doğru yerleştiğini ve en son 6 saat karışım sonrası KNT'ler alüminyum atomlarının içine nüfuz etmesine bağlı olarak görüntülenemediğini iddia etmişlerdir.

Esawi ve Morsi [22] %2 ve %5 KNT ile alüminyum 25 adet paslanmaz çelik bilye 10:1 oranında yatay bilye öğütücüde argon ile doldurulan paslanmaz çelik kap içerisinde 200 rpm 48 saate kadar değişik sürelerde karıştırmışlardır. Ayrıca turbula mikserde 67 rpm ve 8 saate kadar bilyesiz karışımlarda KNT yığınlarının dağılmamış halde gözlemlendiği belirtilmiştir. Çalışma ile mekanik alaşımlama ile KNT'nin alüminyum içerisinde karıştırılmasında kullanılabilecek bir teknik olduğunu ve metanol gibi proses kontrol ajanlarının soğuk kaynama olması ve tane büyümesini engellemede etkili olduğunu belirtmişlerdir.

Thakur vd. [57] Magnezyum ve SiC tozlarını yatay bilye öğütücüde 200 rpm ve 1 saat % 0,7 ye kadar değişik oranlarda KNT ile karıştırıp KNT yığınlarının görünmediğini iddia etmişlerdir. Sinterleme sonrası 350°C’de ekstrüzyon yapmışlardır.

Munkhbayer vd. [29] İlk olarak yatay bilye öğütücü içerisinde 3 mm zirkonya bilyeyi 0.5 gr KNT ve 105 gr zirkonya bilye olmak üzere kuru ve ıslak (20 ml saf su) olarak karıştırmışlardır. Daha sonra 3:1 oranında sulfürik ve nitrik asit karışımı içerisinde ultrasonik titreşime tabi tuttuktan sonra ethanol ile asidi nötralize etmiş ve Deionize (Dİ) su ile seyrelterek ph 7 olana kadar filtrasyona tabi tutmuşlardır. Nemi gidermek için vakum fırınında kurutmuşlardır. Daha sonra su içerisinde ağırlıkça %0,002 KNT ve %0,002 surfaktant olarak SDS karıştırmak suretiyle 1, 2 ve 2 saat sürelerle ultrasonik karıştırma gerçekleştirmişlerdir.

Bonalume vd. [58] 0.5 gr KNT’yi 50 ml 1:1 oranında sulfürik ve nitrik asit karışımında oksitlendirdikten sonra filtre ederek su ve aseton karışımı ile yıkayıp fırında kurutmuşlardır.

Literatür araştırmalarının ardından, altyapı imkanları ve uygulama kolaylığı da dikkate alınarak nihai imalat yönteminin belirlenmesi amacıyla öncelikle mekanik karıştırma yönteminin uygulanmasına karar verilmiştir.

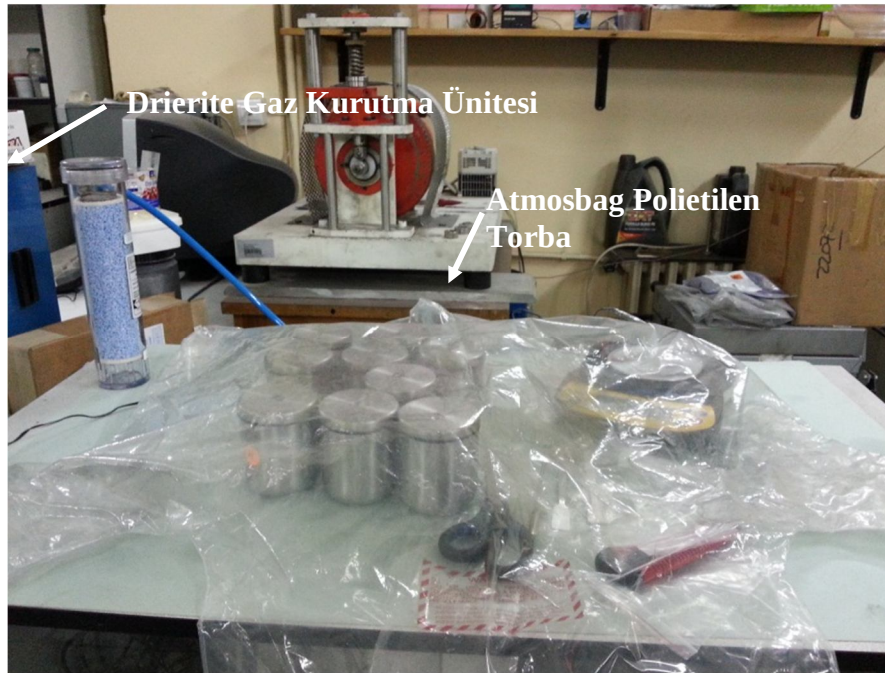
2.1.2.1.1. Mekanik Karıştırma Yöntemi ile Ön Denemeler

Tozlar PRECISA XB 320 hassas tartı kullanılarak %1, %2 ve %5 KNT, %2 seryum ve kalan kısım AZ41 olacak şekilde karıştırıldıktan sonra, Şekil 2.6’da verilen Turbula karıştırıcı ile 101 dev/dak hızda 1, 2, 4, 6 ve 8 saat olmak üzere farklı sürelerde mekanik karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.6 Turbula T2F karıştırıcı

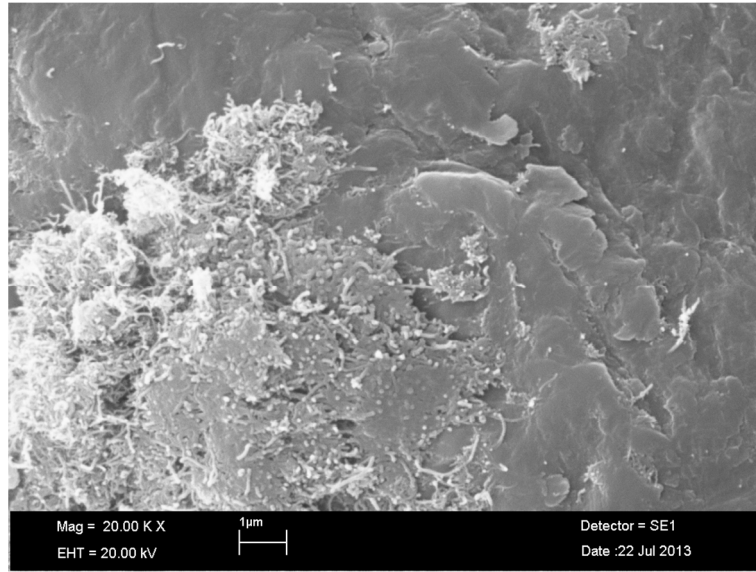
Malzeme tartma işlemleri gerçekleştirilmiştir. KNT kümelerinin dağıtılması için 1:5 ve 1:10 oranlarında ve daha etkili karıştırma için 6, 8, 10, 12 ve 14 mm çaplarında paslanmaz çelik bilyeler kullanılmıştır. KNT'lerin tekrar toplanmaması ve etkin karıştırma için surfaktant olarak stearik asit kullanılmıştır. Paslanmaz çelik bilyeler ile yukarıda belirtilen sürelerde karıştırma işlemleri yapıldıktan sonra seryum hava ile temasında ve ısı ile alevlenebilmesi nedeniyle çelik bilyeler çıkarıldıktan sonra atmosferin içerisine argon gazı verilerek oluşturulan kontrollü ortamda seryum ambalajından çıkarılarak tartıldıktan sonra çelik kavanoza ilave edilmekte ve ilave 1 saat karıştırma işlemi gerçekleştirilmektedir. Atmosferin içerisine verilen yüksek saflıktaki argon gazı içerisindeki nemin tutulması için Drierite gaz kurutma ünitesi kullanılmıştır (Şekil 2.7).



Şekil 2.7 Atmosbag ve gaz kurutma ünitesi

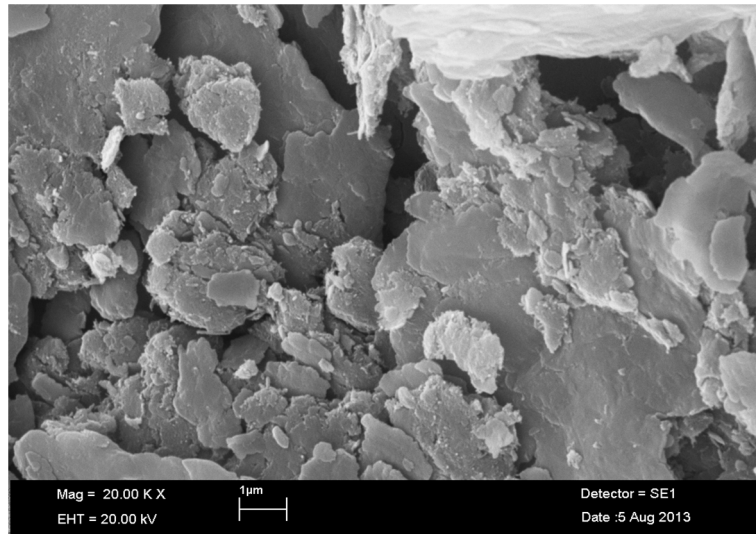
Çelik kavanoz içerisinde bulunan ve daha önce karıştırılmış olan KNT ve magnezyum tozu karışımı kavanoz içerisinde seryum yüzeyini kapladığından hava ile etkileşimi engellenmektedir. Böylelikle karıştırma işlemi sonrası toz karışımı açık ortamda işlem yapılabilir.

Şekil 2.8'de verilen % 5 oranında KNT ile magnezyum tozunun 1 saat karıştırılması sonrası SEM görüntüsünde karışmamış KNT yığınının magnezyum tanesi üzerinde görüntüsü verilmektedir.



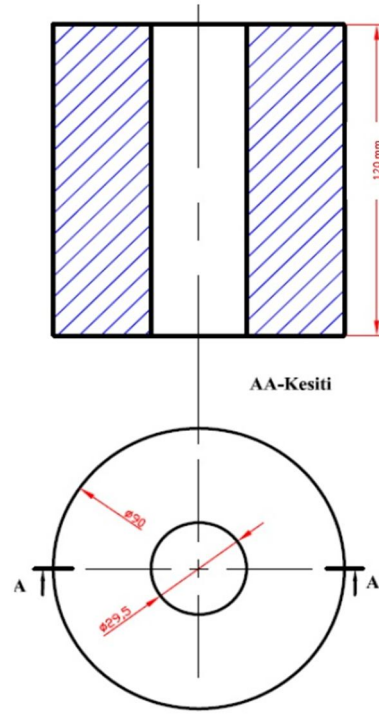
Şekil 2.8 KNT yığını SEM görüntüsü

Şekil 2.9’da %5 KNT ve % 95 magnezyum tozu karışımının 8 saat karıştırılması sonucu elde edilen toz karışımının SEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.9 %5 KNT ve %95 magnezyum tozunun 8 saat karışımı sonrası SEM görüntüsü.

Karıştırma işlemi sonrası tozlar Şekil 2.10’da verilen toz sıkıştırma kalıbına yerleştirilerek öncelikle 540°C’de sinterlenmiştir. Şekil 3.11’de verilen hidrolik pres kullanılarak, sinterleme öncesi 60 MPa basınç altında ön presleme yapılmış, sinterleme esnasında ise 240 MPa basınç uygulanarak 1 saat argon gazı altında sinterlenmiştir. Biletlerde kılcal çatlaklar görülmesi üzerine daha sonra 600°C’de sinterlenmiş ve çatlak oluşmadığı görülmüştür.

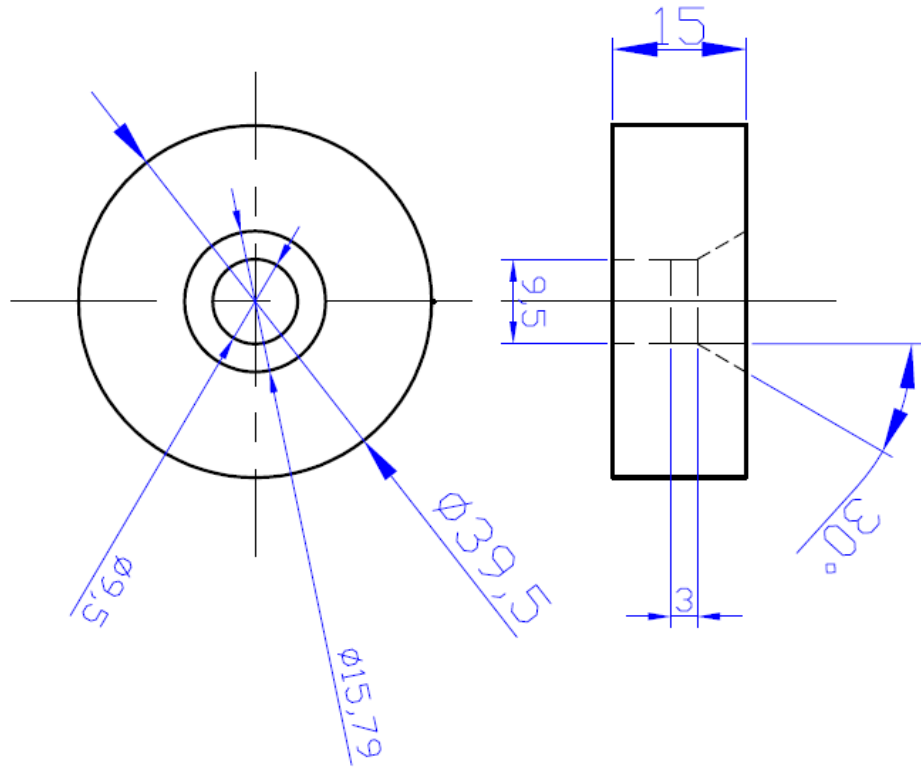


Şekil 2.10 Toz sıkıştırma kalıbı

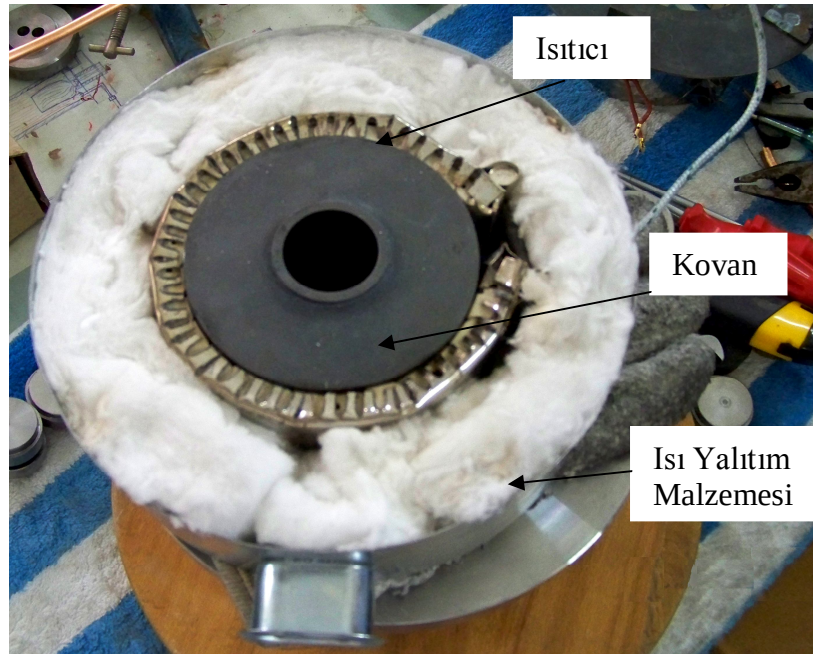


Şekil 2.11 Toz sıkıştırma işleminde kullanılan 250 tonluk hidrolik pres

Sinterleme sonrası biletler Şekil 2.12’de verilen ekstrüzyon kalıbı kullanılarak 9,5 mm çapa ekstrüze edilmiştir. Ekstrüzyon işleminde kullanılan kovan ve kemer taşlı ısıtıcıdan oluşan ısıtma düzeneği Şekil 2.13’de görülmektedir.

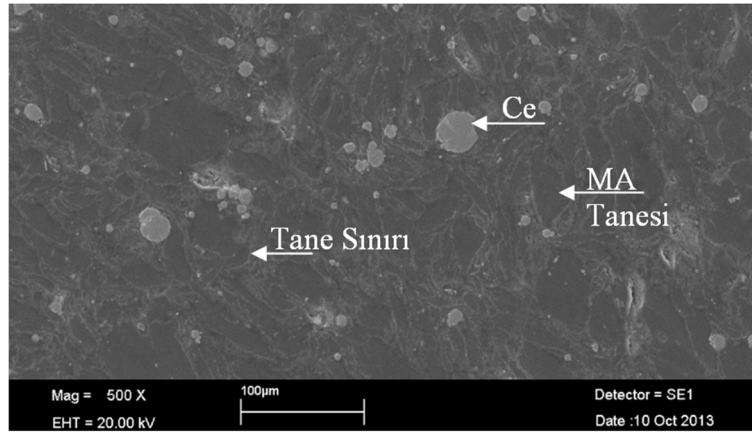


Şekil 2.12 Ekstrüzyon kalıbı resmi

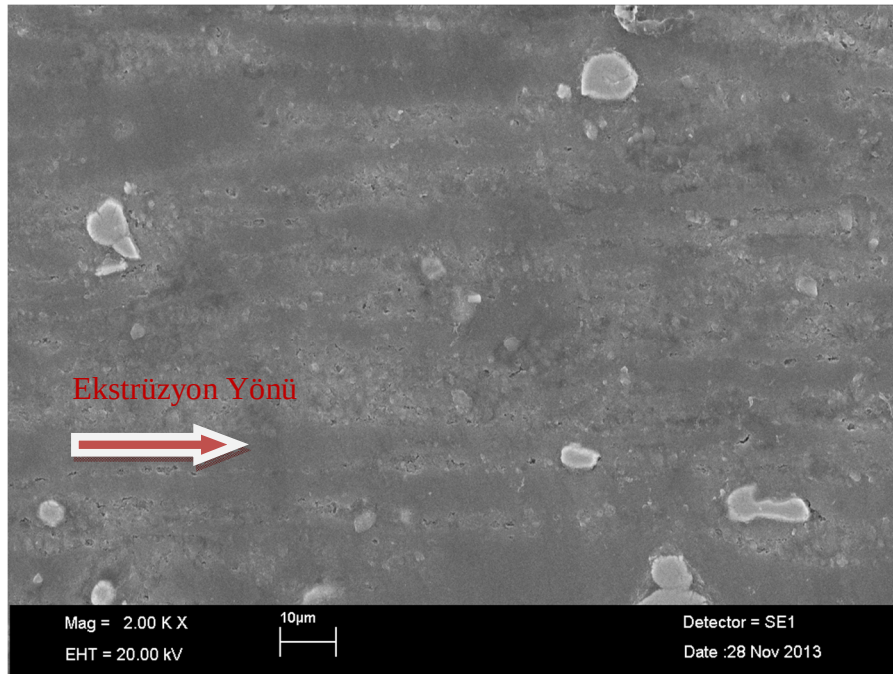


Şekil 2.13 Ekstrüzyon kalıbı ısıtma düzeneği

Elde edilen bilet ve çubuklardan hazırlanan numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 2.14 ve 2.15’de verilmiştir.



Şekil 2.14 %5 KNT ve % 2 seryum bilet numune SEM görüntüsü



Şekil 2.15 %5 KNT ve % 2 seryum çubuk numune SEM görüntüsü

Mekanik karıştırma yöntemiyle yapılan çalışmalar sonucunda KNT'lerin homojen dağılımı ile ilgili bir bulguya rastlanılmadığından sıvı içerisinde dağıtma yoluyla karıştırma yönteminin denenmesine karar verilmiştir.

2.1.2.1.2. Sıvı Karıştırma Yöntemi ile Ön Denemeler

Ultrasonik karıştırma prosesindeki parametrelerin optimizasyonu konusunda detaylı çalışma yapılmıştır. Malzeme imalat yöntemi geliştirme faaliyetlerinin ana eksenini oluşturan homojen karışımı konusuna ağırlık verilerek bu konunun çözümüne yoğunlaşmıştır.

Yapılan çalışma ile ultrasonik karıştırma işlemi esnasında kullanılacak olan solvent, asitle yıkama ve proses kontrol ajanı (pka)/surfaktant (sur) kullanımının sıvı içerisinde homojen ve stabil KNT elde etme üzerine etkileri incelenip en uygun kombinasyonun belirlenerek üretimlerin elde edilen sonuçlara göre yapılması kararlaştırılmıştır.

Yapılan çalışmada Tablo 2.3'te belirtilen özelliklere uygun olarak karışım numuneleri hazırlanmıştır.

Tablo 2.3 Ultrasonik karışım numuneleri özellikleri

NUM.	SOLVENT	PKA/SUR	ASİTLE YIKAMA
1	Deionize Su	Polivinilpirolidon	Var
2	Deionize Su	Polivinilpirolidon	Yok
3	Deionize Su	Stearik Asit	Var
4	Deionize Su	Stearik Asit	Yok
5	Deionize Su	Yok	Var
6	Deionize Su	Yok	Yok
7	Metilbutilketon	Polivinilpirolidon	Var
8	Metilbutilketon	Polivinilpirolidon	Yok
9	Metilbutilketon	Stearik Asit	Var
10	Metilbutilketon	Stearik Asit	Yok
11	Metilbutilketon	Yok	Var
12	Metilbutilketon	Yok	Yok
13	Ethanol	Polivinilpirolidon	Var
14	Ethanol	Polivinilpirolidon	Yok
15	Ethanol	Stearik Asit	Var
16	Ethanol	Stearik Asit	Yok
17	Ethanol	Yok	Var
18	Ethanol	Yok	Yok
19	Isopropil alkol	Polivinilpirolidon	Var
20	Isopropil alkol	Polivinilpirolidon	Yok
21	Isopropil alkol	Stearik Asit	Var
22	Isopropil alkol	Stearik Asit	Yok
23	Isopropil alkol	Yok	Var
24	Isopropil alkol	Yok	Yok
25	Etilasetat	Polivinilpirolidon	Var
26	Etilasetat	Polivinilpirolidon	Yok
27	Etilasetat	Stearik Asit	Var
28	Etilasetat	Stearik Asit	Yok
29	Etilasetat	Yok	Var
30	Etilasetat	Yok	Yok

Yukarıda belirtilen malzemelerle 80 ml solvent, 0,13 gr KNT ve 0,08 gr PKA/SUR kullanılmak suretiyle numuneler hazırlanmıştır. Asitle yıkama işleminde ise KNT'ler 180 ml sulfürik asit 60 ml Nitrik asit karışımında 1 saat bandelin sonorex ultrasonik banyoda bekletildikten sonra deionize su yıkanarak filtre edilmiştir.

Tüm numuneler 1.000.000 joule enerji ve %75 amplitud uygulanarak 7 dk. boyunca, 20 sn. pulse 10 sn. durma suretiyle, Şekil 2.16'da verilen Sonics VCX 750 ultrasonik homojenizator cihazıyla ultrasonik karışıma tabi tutulmuştur.



Şekil 2.16 Ultrasonik Homojenizator

Belirtilen parametreler dahilinde ultrasonik karıştırılan cam beher içindeki sıvı numunelerin 30 dk., 1, 2, 4, 8, 12, 24, 48, 96, 192, 288 ve 576 saat aralıklarla çökelme durumu gözlemlenerek fotoğrafları çekilmek suretiyle izlenmiştir. Şekil 2.17'de homojen karışımın elde edilemediği numunelerden örneklere yer verilmiştir. Şekilden de izlendiği gibi şişe kapağı üzerindeki numaralardan sıvı özellikleri Tablo 2.3'te görülebilen sıvıların içerisindeki KNT'ler belirli süre sonunda çökelmiştir. Dolayısıyla bu sıvılar ile yapılan karıştırmanın homojenizasyonu sağlayamayacağı anlaşılmıştır.



Şekil 2.17 Homojen karışımın elde edilemediği numunelerden örnekler.

Şekil 2.18’de ise homojen karışımın elde edildiği ve gözlemlenenin halen devam ettiği 576 saat sonunda dahi KNT’lerin solvent içerisinde çökmediği iyi karışım örnekleri verilmiştir.

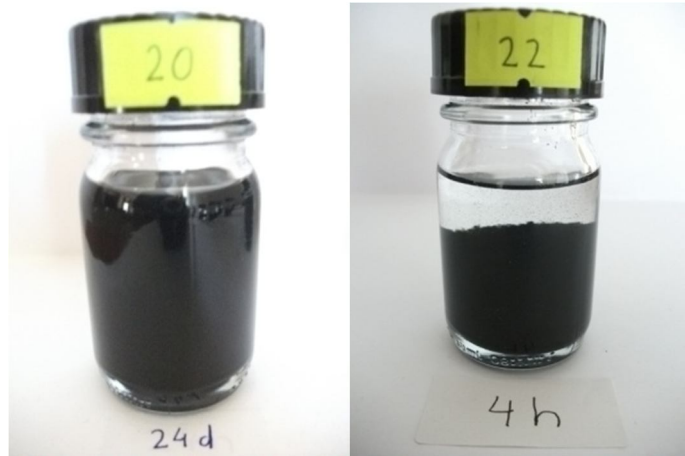


Şekil 2.18 Homojen karışımın 576 saat (24 gün) sonunda devam ettiği numune örnekleri.

Numunelerin incelenmesi sonucunda solvent olarak deionize su, etanol ve isopropilalkol kullanılan numunelerde KNT’lerin çok iyi dağıtıldığı gözlemlenmiştir. Ultrasonik işlem sonrası metilbutilketon ve etilasetat kullanılan numunelerde KNT’lerin iyi dağılmadığı gerek hemen gerekse kısa sürede çökmesinden anlaşılmaktadır. KNT’ler dağılmadığından veya kısmen dağılsa dahi hemen topaklanma eğilimi gösterdiğinden kümelenme boyutunun artmasıyla çökelmeye başlamaktadır.

PKA ve SUR kullanılan numuneler karşılaştırıldığında Stearik Asit (SA) kullanılan etanol ve isopropilalkol numunelerinde çökelmeler gözlemlenirken Polivinilpirolidon (PVP) kullanılan numunelerde çökme olmadığı tespit edilmiştir. KNT’lerin etkin dağıtıldığı yukarıdaki solventlerde PVP ilavesiyle elde edilmiş asitle yıkama işlemi uygulanmış ve uygulanmamış olan numuneler incelendiğinde 576 saat sonunda her iki numuneninde çökmediği gözlemlendiğinden önemli bir fark olmadığı değerlendirilmiştir.

IPA içerisinde PVP bulunan KNT’lerin asitle yıkanmadığı 576 saat (24 gün) sonunda çökmenin olmadığı homojen dağılımın elde edildiği numune (20) ile yine IPA içerisinde fakat SA bulunan ve yine KNT’lerin asitle yıkanmadığı numune görüntüleri Şekil 2.19’da verilmiştir. SA bulunan numune 30. dakikada çökelmeye başlamış 4. saatte tamamen çökelmiştir.



Şekil 2.19 IPA içerisinde PVP bulunan homojen karışmış numune (20) ve SA bulunan homojen karışmamış numune (22).

Elde edilen sonuçlara göre KNT'lerin iyi dağıldığı gözlemlenen ultrasonik karıştırma işlemi kullanılmak suretiyle bir adet numune üretilip mikroyapı ve mekanik özelliklerinin incelenmesine karar verilmiştir. Deionize su, PVP ve asitle yıkama yapılmadan, ultrasonik karıştırma yapıldıktan sonra, karışıma AZ41 ilave edilip, heidolph RZR 2020 karıştırıcı ile mekanik karıştırılması esnasında, ısıtıcı ile ısıtılmak suretiyle sistemdeki deionize su buharlaştırılmıştır. Ardından fırında ısıtılarak 24 saat bekletilmek suretiyle kurutulan toz basınç altında sıkıştırıldıktan sonra 600°C'de 1 saat sinterlenmek üzere ısıtılmaya başlanmıştır. Ancak 15 dk. sonra patlama meydana gelmiş ve Şekil 2.20'de verildiği üzere basınçlı sinterleme fırını kullanılamaz hale gelmiştir.



Şekil 2.20 Patlama sonrası sinterleme fırını görüntüsü.

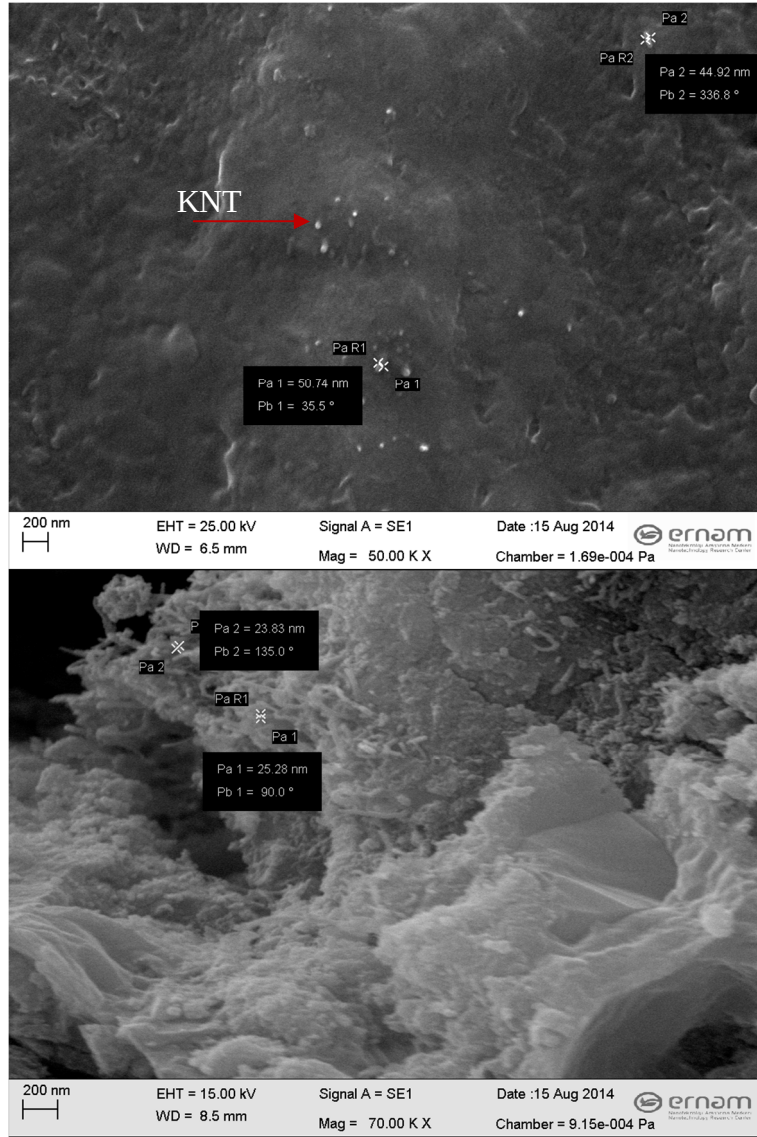
Patlamanın kurutulmasına rağmen toz içerisinde nem şeklinde kalan deionize su'dan kaynaklandığı değerlendirilerek bundan sonraki çalışmalarda solvent olarak IPA kullanılmasına karar verilmiştir.

IPA, PVP ve asitle yıkama yapmadan ultrasonik karıştırmaya tabi tutulan karışıma AZ41 ilave edildikten sonra 15 dk. boyunca 1050 devir/dk. hızda Heidolph RZR 2020 karıştırıcıda mekanik karıştırmaya tabi tutulmuştur. Solventin buharlaştırılması esnasında AZ41'in çökmesi ve KNT'nin üstte kalması nedeniyle oluşan homojensizliği engellemek amacıyla mekanik karıştırma sonrası elde edilen karışım Şekil 2.21'de verilen Hahn Shin döner buharlaştırıcıda 80°C'de 80 d/dk hızda buharlaştırılma işlemine tabi tutulmuş ardından 150°C'de 1 saat fırında kurutulmuştur. Kurutma sonrası oluşan topaklanmaları dağıtmak amacıyla tekrar Heidolph RZR 2020 karıştırıcıda 10 dk. süreyle 500 devir/dk. karıştırma işlemi uygulanmıştır.



Şekil 2.21 Döner evaporatör

Karıştırma işlemi sonrası tozlar toz sıkıştırma kalıbına yerleştirilerek 600°C'de sinterlenmiştir. Sinterleme öncesi 60 MPa basınç altında ön presleme yapılmış, sinterleme esnasında ise 240 MPa basınç uygulanarak 1 saat argon gazı altında sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi sonrası çubuklar 400°C'de ekstrüze edilmiştir. Çubuktan alınan boyuna kesit ve çekme testi sonrası kopma bölgesine ait Şekil 2.22'de verilen SEM görüntülerinin incelenmesi sonucunda matris içerisine dağılmış ve bağımsız KNT'ler görüntülenmiştir.



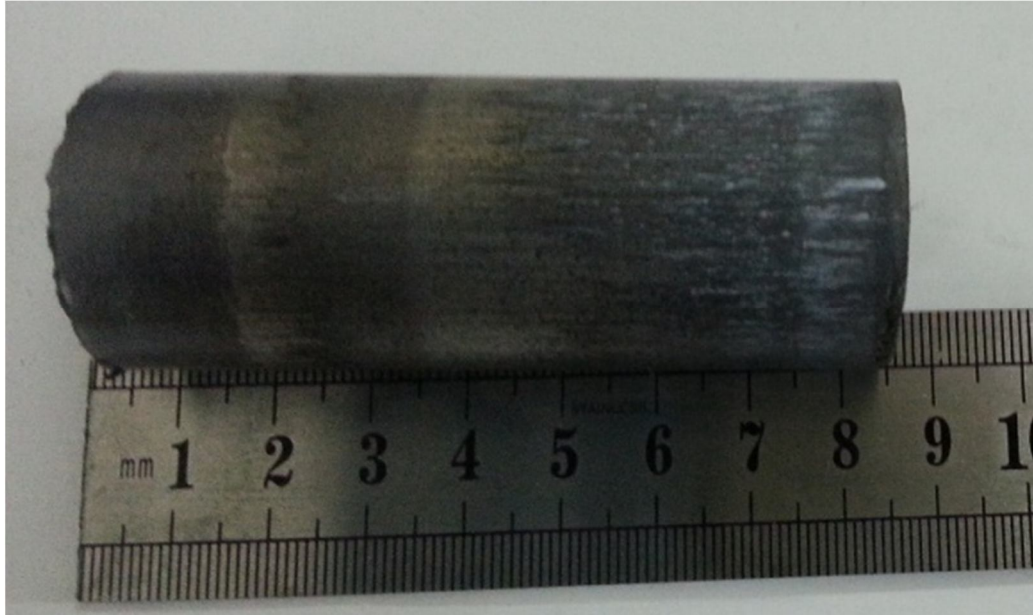
Şekil 2.22 Boyuna kesit ve kopma numunesi SEM görüntüleri.

Numune incelemeleri sonucunda belirlenen karıştırma yönteminin KNT'lerin AZ41 talaşı içerisinde homojen olarak dağılmasını sağladığı anlaşıldığından yeterli olduğuna karar verilmiştir. Yapılan bu çalışma solvent, PKA/SUR ve asitle yıkama gibi farklı parametrelerin farklı değerlerinin tüm kombinasyonlarının aynı anda değerlendirildiği oldukça kapsamlı bir çalışma olmasından ve önemli sonuçlar içermesinden dolayı makale haline getirilerek bildiri olarak sunulmuştur.

2.1.2.2. İmalat Yöntemine Karar Verilmesi

Yukarıda bahsedilen ön denemeler sonrası sıvı karıştırma yöntemiyle KNT'lerin AZ41 içerisinde homojen olarak karıştırılmasının ardından karıştırma işleminin belirlenen ve

başarılı şekilde uygulanan prosese uygun olarak gerçekleştirilmesine karar verilmiştir. Sıvı karıştırma ile yapılan ön denemelerde seryum takviyesi kullanılmadığından seryum tozunun karışımını da kapsayacak şekilde çalışmada kullanılmasına karar verilen imalat prosesi aşağıda verilmiştir. Ayrıca, ön denemelerde sinterleme esnasında meydana gelen patlama sonrasında, gerek emniyet bakımından gerekse yüksek sıcaklıklarda istenmeyen bileşiklerin oluşmasının önlenmesi bakımından sinterleme işlemi yapılmamasına karar verilmiştir. Buna göre, yukarıda detaylı bahsedilen sıvı karıştırma yönteminde KNT-AZ41 toz karışımı, fırında kurutma ve Heidolph RZR 2020 mekanik karıştırıcıda 10 dk. süreyle 500 devir/dk. hızda karıştırma işlemleri sonrası, karışım tasarımı sonrası seryum takviye edilmesi gereken numuneler için, seryum tozu atmosferi içerisinde argon gazı altında ambalajından çıkartıldıktan sonra numune karışım oranlarına uygun olarak tartılarak daha önce elde edilmiş olan KNT-AZ41 karışımına ilave edilmiştir. Elde edilen seryum içeren toz karışımları atmosferi'den çıkartılarak diğer toz karışımları ile birlikte Turbula karıştırıcıda 1 saat süreyle 101 devir/dk. hızda karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sonrası elde edilen toz karışımı, sıkıştırma kalıbı içerisinde 15 bar basınç altında soğuk sıkıştırma işlemine tabi tutularak bilet haline getirilmiştir (Şekil 2.23).



Şekil 2.23 Toz sıkıştırma işlemi sonrası bilet görüntüsü

Elde edilen biletler 400°C'de 10:1 oranında ekstrüze edilerek Şekil 2.24'de görüntüleri verilen test numunelerinin hazırlanacağı çubuk numuneler elde edilmiştir.



Şekil 2.24 Çubuk haline getirilmiş toz karışımları

2.1.3. Numune Hazırlama ve Test Şartları

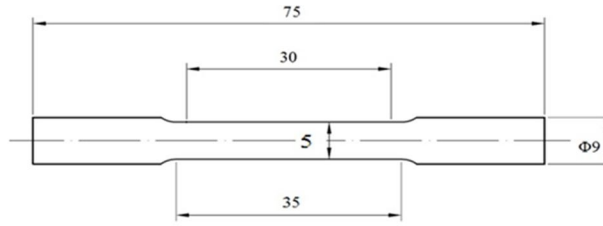
Belirlenen imalat yöntemine göre üretilen çubuklar kesilerek test ve incelemeler için gerekli numuneler elde edilmiştir. Mikroyapı, sertlik, yoğunluk ve gözeneklilik incelemelerinin tamamı yüzey parlatma işlemine tabi tutulmuş numuneler üzerinde gerçekleştirilmiştir. Mikroyapı incelemesinde kullanılacak numuneler parlatma sonrası asetik pikral ile dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra SEM kullanılarak inceleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Çalışma boyunca planlanan zamanda faaliyetlerin yürütülebilmesi amacıyla uygun olma durumuna göre Leo 440, Quanto Feg 250 ve Zeiss EVO LS 10 SEM cihazları kullanılmıştır.

Mikroyapı incelemesi kapsamında X-ışını kırınımı testi Rigaku Miniflex 600 cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

AZ41, seryum ve KNT tozlarının yoğunluk ölçümleri Micromeritics Gemini Vii ile ölçülmüştür. Üretilen numunelerin deneysel yoğunlukları arşimet prensibine göre PRECISA XB 320 hassas terazi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin sertlik değerleri 1 kilogram yük kullanılarak Emco Test Duroscan cihazında Vickers yöntemine göre ölçülmüştür.

Biletlerin 400°C’de 10:1 oranında ekstrüze edilmesiyle elde edilen çubuk numunelerden TS 138 EN 10002-1 standardına uygun olarak çekme test numuneleri hazırlanmıştır. Hazırlanan test numunelerinin boyutu Şekil 2.25’de verilmiştir.



Şekil 2.25 Çekme test numuneleri boyutu

Çekme testi SHIMADZU AG-XD 50 kN çekme test cihazında, oda sıcaklığında ve 1 mm/dk çekme hızı ile gerçekleştirilmiştir.

Çentik darbe test numuneleri ASTM E23 [59] standardına uygun olarak 55 x 10 x 10 mm boyutlarında hazırlanmış ve numune görüntüsü Şekil 2.26'da verilmiştir.



Şekil 2.26 Çentik darbe test numunesi

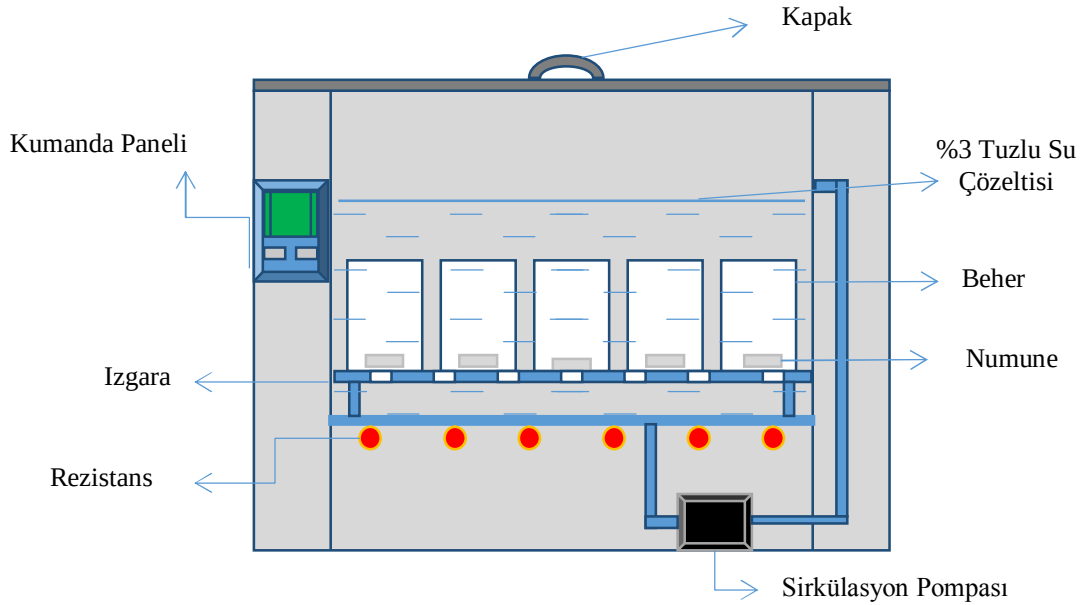
Çentik darbe testi Ceast marka ağırlık düşürme test sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Ekstrüze edilmiş çubuk numunelerden ASTM G1 [60] ve G31 [61] standartlarından faydalanılarak korozyon test numuneleri hazırlanmış, temizlenmiş ve değerlendirmeler yapılmıştır. Hazırlanan numune görüntüsü Şekil 2.27'de verilmiştir.



Şekil 2.27 Korozyon test numunesi

Korozyon testi sirkülasyonlu ve sıcaklık kontrollü su banyosunda daldırma yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Korozyon testlerinde tuzlu su çözeltisi (%3 tuz) deionize su (0,15 μ S) kullanılarak hazırlanmış, testler oda sıcaklığında ve 70°C sıcaklıkta 24, 48 ve 96 saat süreyle Şekil 2.28’de şematik gösterimi verilen test düzeneği kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 2.28 Korozyon test düzeneğinin şematik gösterimi.

Test sonrası korozyon kalıntılarının temizlenmesi için ASTM G1 standardına [60] uygun olarak Şekil 2.29’da görülen krom oksit, baryum nitrat ve gümüş nitrat karışımı kullanılmıştır.



Şekil 2.29 Korozyon kalıntılarını temizlemede kullanılan malzemeler

Test sonrası temizlenen numuneler PRECISA XB 320 hassas terazide tartılmıştır.

2.2. Karışım Tasarımı Yöntemi ile Numune Karışım Oranlarının Belirlenmesi

İmalat yöntemi çalışmalarının ardından karışım tasarımı oluşturulmadan takviye elemanlarının üst ve alt limitlerini belirlenmesi gerekmektedir. Yapılan değerlendirmede, KNT'nin nano boyutu nedeniyle geniş yüzey alanına sahip olması ve AZ41 talaşının da ortalama 266 μm tane boyutuna sahip olması nedeniyle homojen karışma özelliğini etkileyeceği için literatür çalışmaları da dikkate alınarak KNT takviye oranının üst limitinin % 5 olmasına karar verilmişti. Seryum yüksek özgül ağırlığı ve maliyeti nedeniyle takviye oranı üst limitinin % 2 olmasına karar verilmiştir. Her iki takviye elemanı için alt sınır belirlenmemiştir. Buna göre Design Expert yazılımı kullanılarak gerçekleştirilen karışım tasarımına göre numune sayısı ve karışım oranları Tablo 2.4'de verilmiştir.

Tablo 2.4 Numune ve karışım oranları

Numune	AZ41 Oranı	KNT Oranı	Seryum Oranı
1	0,9876	0,0068	0,0056
2	0,9850	0,0150	0,0000
3	0,9705	0,0095	0,0200
4	0,9300	0,0500	0,0200
5	0,9533	0,0360	0,0107
6	0,9679	0,0229	0,0092
7	0,9503	0,0459	0,0038
8	0,9578	0,0422	0,0000
9	0,9791	0,0104	0,0105
10	0,9648	0,0352	0,0000
11	0,9457	0,0343	0,0200
12	0,9679	0,0229	0,0092
13	0,9500	0,0500	0,0000
14	0,9800	0,0000	0,0200
15	0,9416	0,0429	0,0155
16	0,9876	0,0068	0,0056
17	0,9871	0,0000	0,0129
18	0,9416	0,0429	0,0155
19	1,0000	0,0000	0,0000
20	0,96	0,0229	0,0171
21	0,96	0,0229	0,0171
22	0,9503	0,0459	0,0038
23	0,9963	0	0,0037
24	0,9394	0,05	0,0106
25	0,9753	0,0247	0

Belirlenen numuneler içerisinde 5 adedi istatistiksel olarak doğrulama için kullanılacak olan tekrar numuneleridir. Kompozit numuneler verilen karışım oranlarında yukarıda verilen imalat yöntemi uygulanarak hazırlanmıştır.

3. BÖLÜM

BULGULAR ve TARTIŞMA

3.1. Giriş

Numune üretimleri, belirlenen imalat prosesine ve karışım tasarımı sonucunda elde edilen farklı oranlarda KNT ve seryum ile takviye edilerek gerçekleştirilmiştir. Üretilen numunelerin aşağıda verilen özellikleri incelenmiştir.

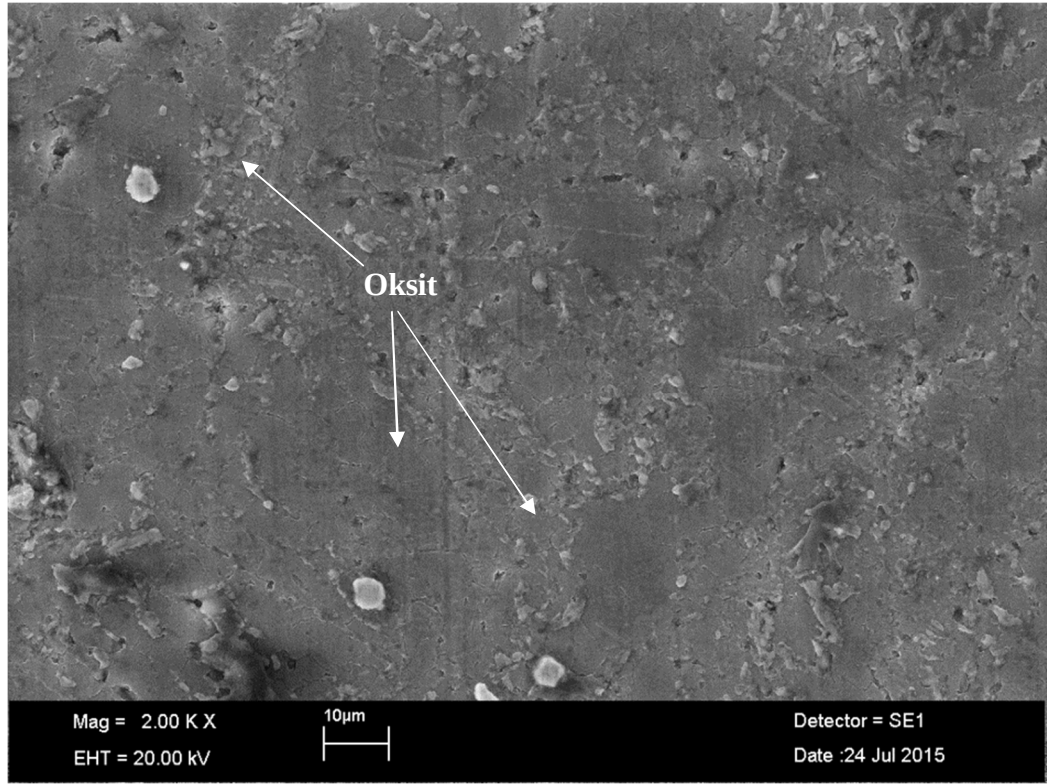
Çalışma kapsamında, mikroyapı, yoğunluk, gözeneklilik, sertlik, gerilme, kopma uzaması, enerji sönümleme ve korozyon direnci özellikleri ele alınmıştır. Her bir özelliğin kompozit malzeme içerisindeki takviye elemanı oranı ile ilişkisi ve takviye elemanlarının etkileri detaylı olarak araştırılmış ve değerlendirilmiştir.

Yapılan testler sonucu elde edilen veriler karışım tasarımında kullanılarak, takviye elemanlarının incelenen malzeme özelliklerine olan etkileri tahmin modelleri geliştirilmek suretiyle değerlendirilmiştir.

3.2. Malzemelerin Özelliklerinin İncelenmesi

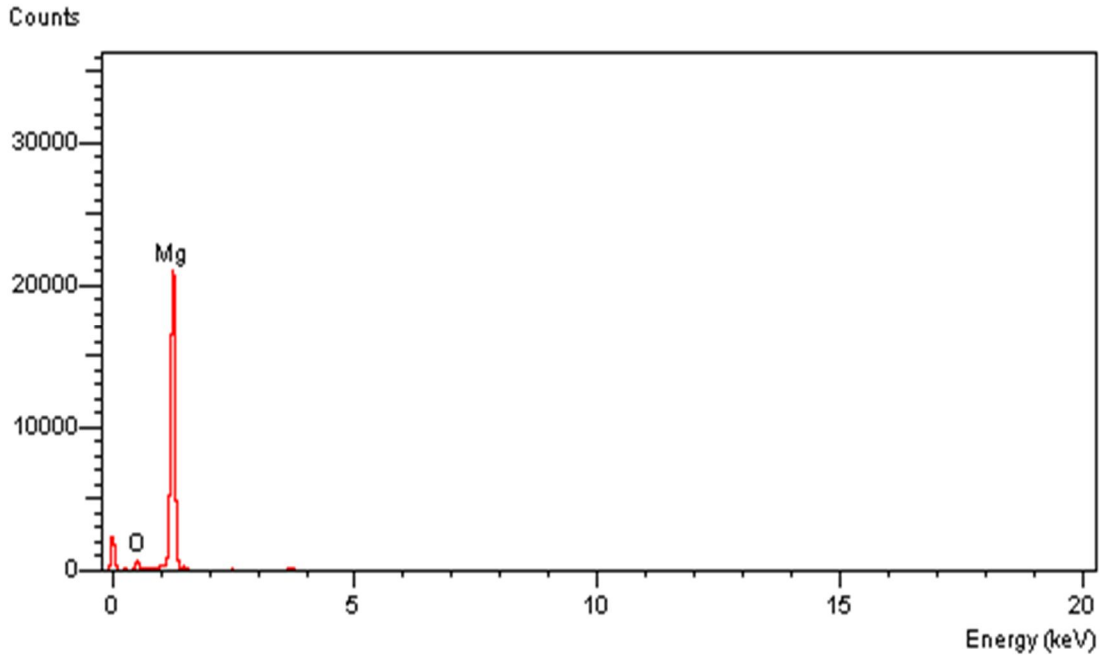
3.2.1. Mikroyapı

Takviye elemanı bulunmayan 19 numaralı numuneye ait SEM görüntüleri Şekil 3.1’de verilmiştir. 19 numaralı takviyesiz numune SEM görüntüsü ve EDX analizlerinde magnezyum matris ve az miktarda oksitlenmiş bölgeler görülmektedir. % 1,5 KNT içeren 2 numaralı numuneye ait SEM ve EDX görüntüleri ise Şekil 3.3 ve Şekil 3.4’te verilmiştir.



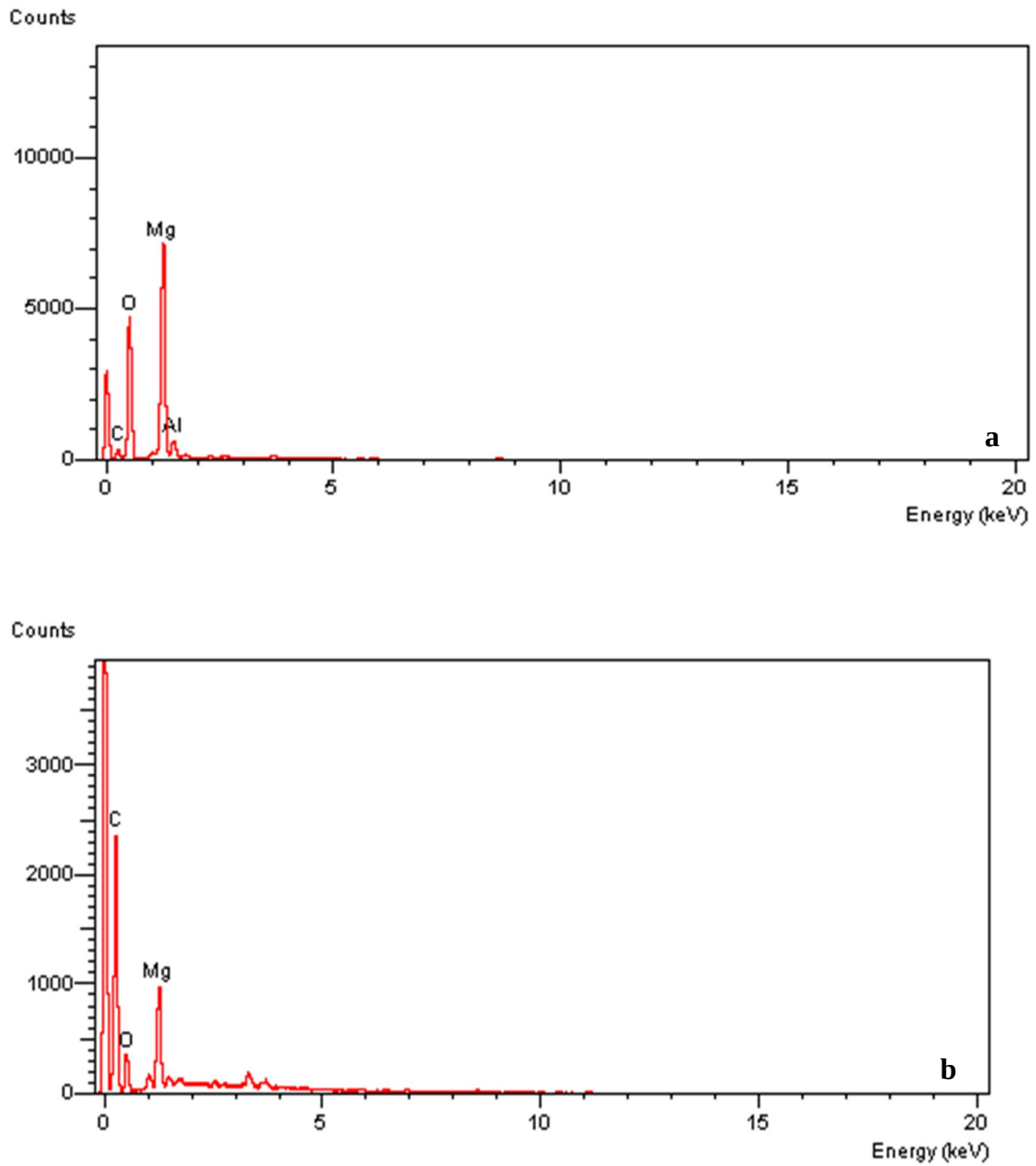
Şekil 3.1 Takviyesiz numune SEM görüntüsü.

SEM görüntüsü verilen takviyesiz numune EDX analizi ise Şekil 3.2’de gösterilmiştir.

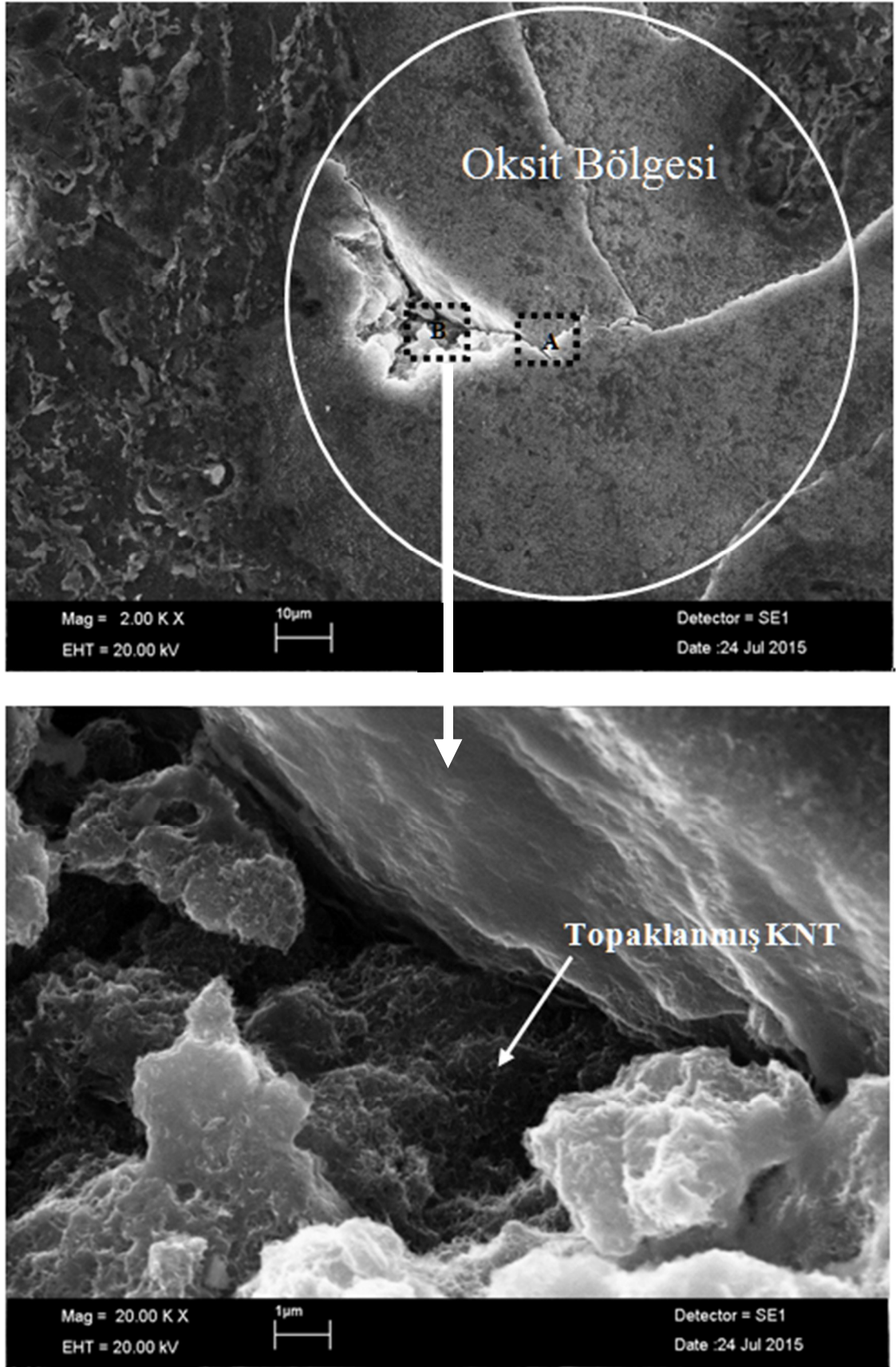


Şekil 3.2 Takviyesiz numune EDX analizi.

2 numaralı % 1,5 KNT içeren numunenin SEM incelemesinde, gevrek ve kırılğan bir yapıya sahip olduğu, numune yüzeyindeki çatlak (A noktası) ve çukurdan (B noktası) alınan EDX analizi sonucunda oksit ve muhtemel bir alüminyum bileşiğinin mevcut olduğu değerlendirilmiştir (Şekil 3.4). Belirtilen bölge çevresinde oluşan çukur oluşmuş bölgenin (B noktası) SEM detay görüntüsü ve EDX analizi sonucunda KNT parçacıklarının çatlak ve çukur bölgelerde yoğunlaştığı görülmektedir.

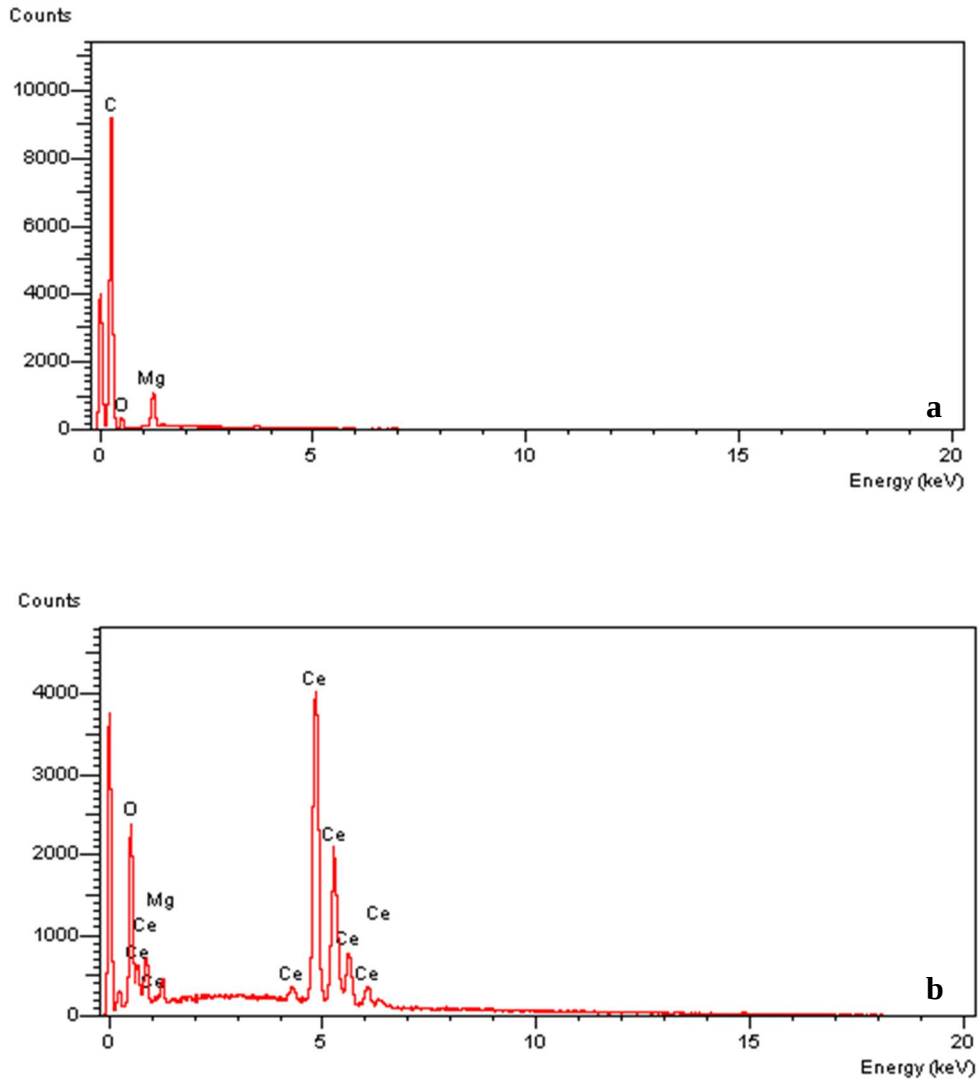


Şekil 3.3 a) 2 Numaralı numune A noktası EDX analizi
b) 2 Numaralı numune B noktası EDX analizi

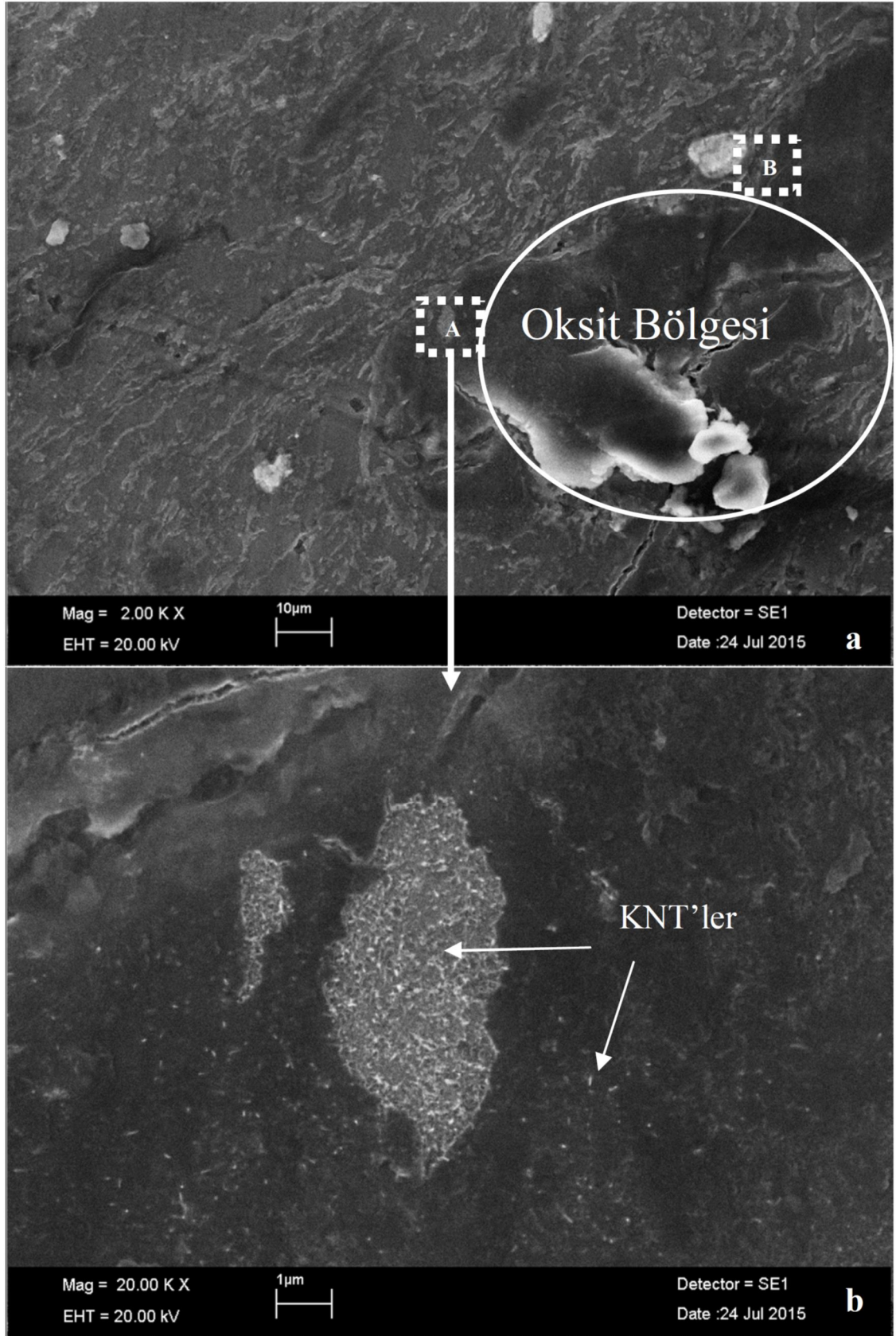


Şekil 3.4 a) 2 Numaralı numune SEM görüntüsü b) B noktası detay görüntüsü

7 numaralı % 4,59 KNT ve % 0,38 seryum içeren numunenin SEM görüntüsü incelendiğinde, EDX analizi yapılan A ve B noktalarının alt kısmında yer alan ve şekil üzerinde belirtilen tipik bir oksit yapısı gösteren çatlakların olduğu bölge görülmektedir. Bu bölge üst sınırında ve çatlak ilerleme yönü üzerinde yer alan A noktasında, oluşan çatlağın KNT yapılarının yoğun olarak yer aldığı bölgeye kadar ilerledikten sonra durduğu gözlemlenmiştir. B noktasında ise, yaklaşık 10 μm boyutunda bir seryum tozunun mevcut olduğu görülmektedir. Her iki numunenin SEM incelemeleri sonucunda genel olarak üretilen kompozitlerin iç yapısı değerlendirildiğinde KNT'lerin muhtemelen tane sınırlarında yer alan çatlaklar çevresinde toplanarak yoğunlaştığı gözlemlenmiştir.

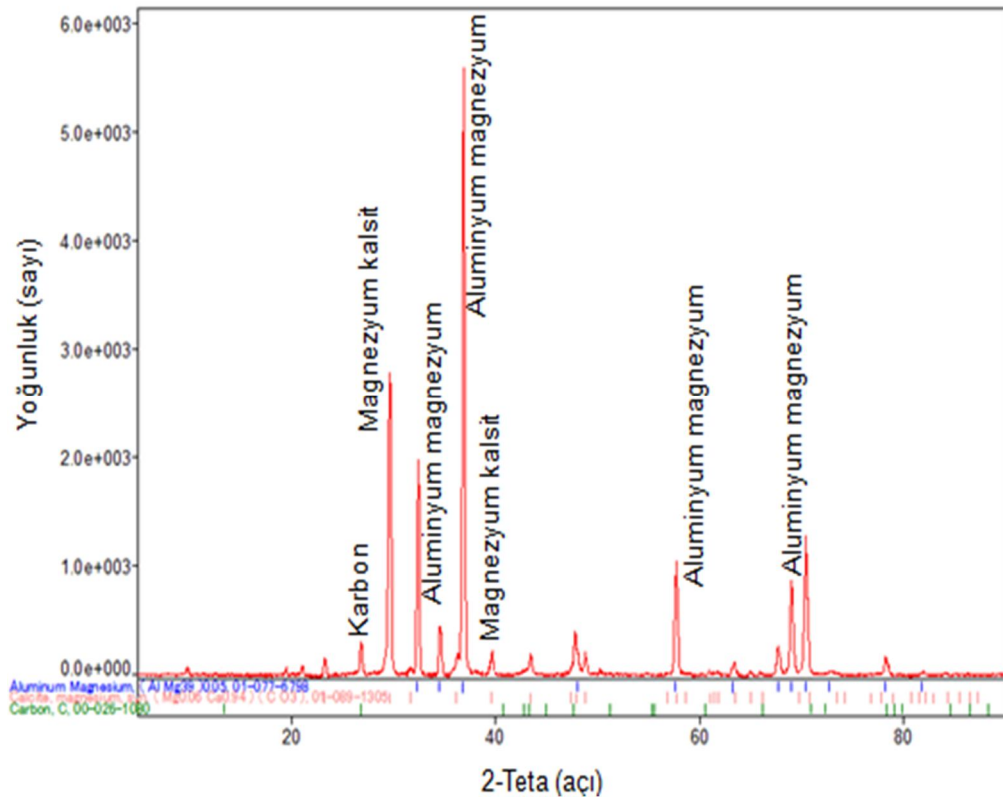


Şekil 3.5 a) 7 numaralı numune A noktası EDX analizi
b) 7 numaralı numune B noktası EDX analizi



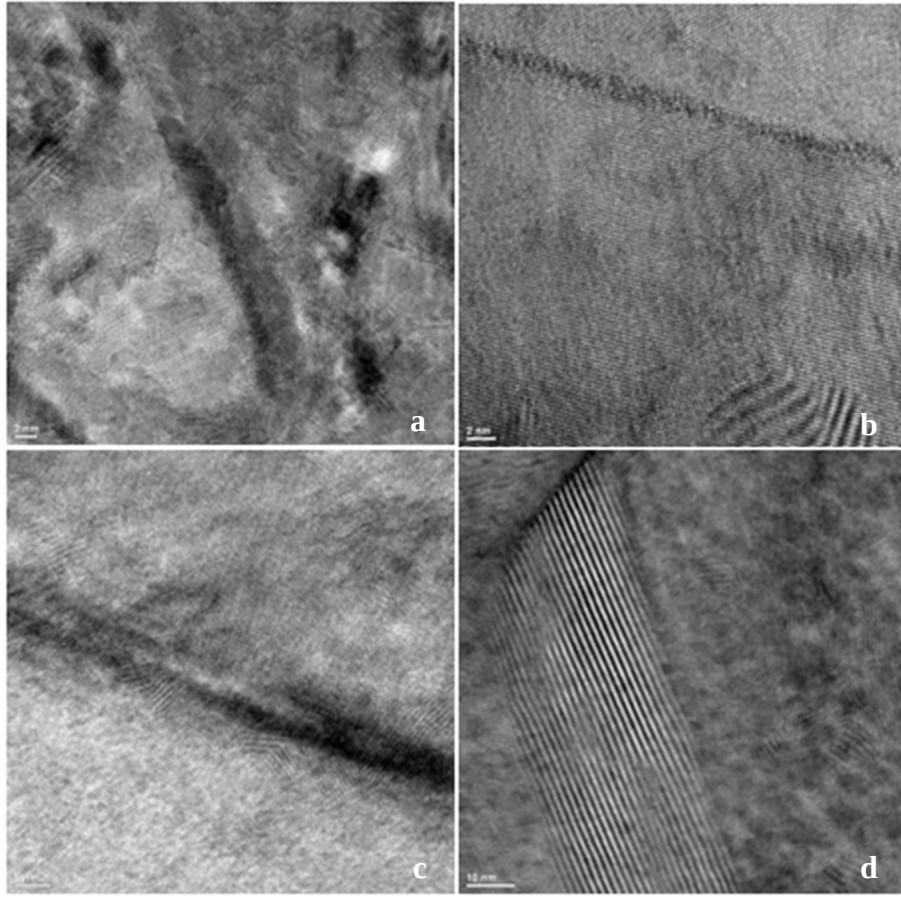
Şekil 3.6 a) 7 numaralı numune SEM görüntüsü b) A noktası detay görüntüsü

Kompoziti meydana getiren takviye ve matris ara yüzeyinde oluşan bileşikler % 5 KNT takviye oranına sahip 13 numaralı numune XRD analizi ile incelenmiş ve Şekil 3.7’de verilmiştir. XRD analizine göre, bir adet yüksek yoğunlukta karbon piki dikkati çekmekte ve bu pikin dağılmamış bir KNT yığımına ait olduğu değerlendirilmektedir. Bununla birlikte yine yüksek yoğunlukta kırılğan/gevrek yapıya sahip olan kalsit [62, 63] türlerinden biri olan magnezyum kalsit ((MgCa)CO₃) piki ve yoğun alüminyum magnezyum (AlMg39) pikleri dikkati çekmektedir.



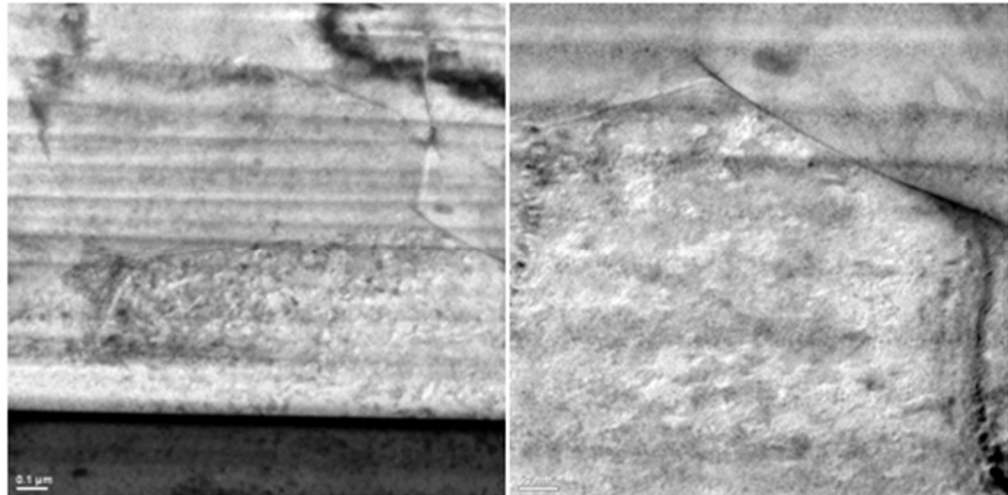
Şekil 3.7 % 5 KNT takviyeli numune XRD analizi.

11 numaralı % 3,43 KNT ve % 2 seryum ve 16 numaralı % 0,68 KNT ve % 0,56 seryum içeren numunelerin Şekil 3.8’de verilen TEM görüntüsü incelendiğinde, kristal kafes ve içindeki kusurların geometrik olarak büyütülmüş hali olarak düşünebilecek, üst üste binmiş kristallerdeki kafes boşluklarındaki çevresindeki matrise göre çökmeler oluşması gibi küçük farklılıklardan oluşan Moire Saçakları [64] görülmektedir. Paralel Moire Saçakları olduğu gibi çoğunlukla farklı yönelimlere sahip ve farklı aralıkları bulunan saçaklar mevcuttur. Bu saçaklar farklı faz yapılarının mevcudiyetine ve kristal yapı içerisinde oluşan dislokasyon bölgelerine delil durumdadır.



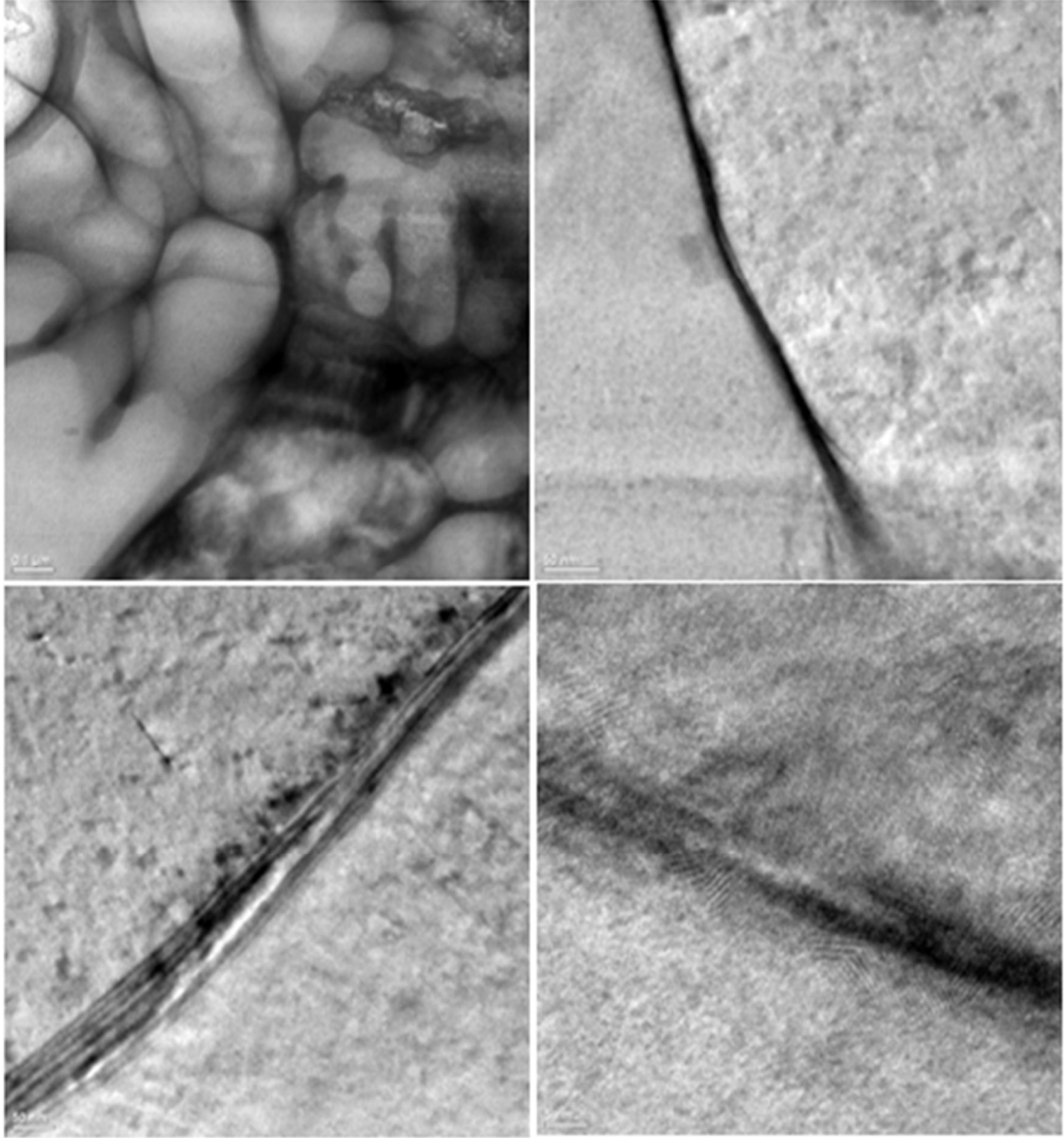
Şekil 3.8 Farklı yönelim ve aralıklara sahip Moiré Saçakları.
(a ve b 11 numaralı numune, c ve d 16 numaralı numune)

Şekil 3.9'da 16 numaralı % 0,68 KNT ve % 0,56 seryum içeren numunedeki tane sınırları ve tipik dislokasyon yapıları görülmektedir. Şekilde tane içerisinde çökelti bakımından yoğun bölgeler olduğu görülmektedir.



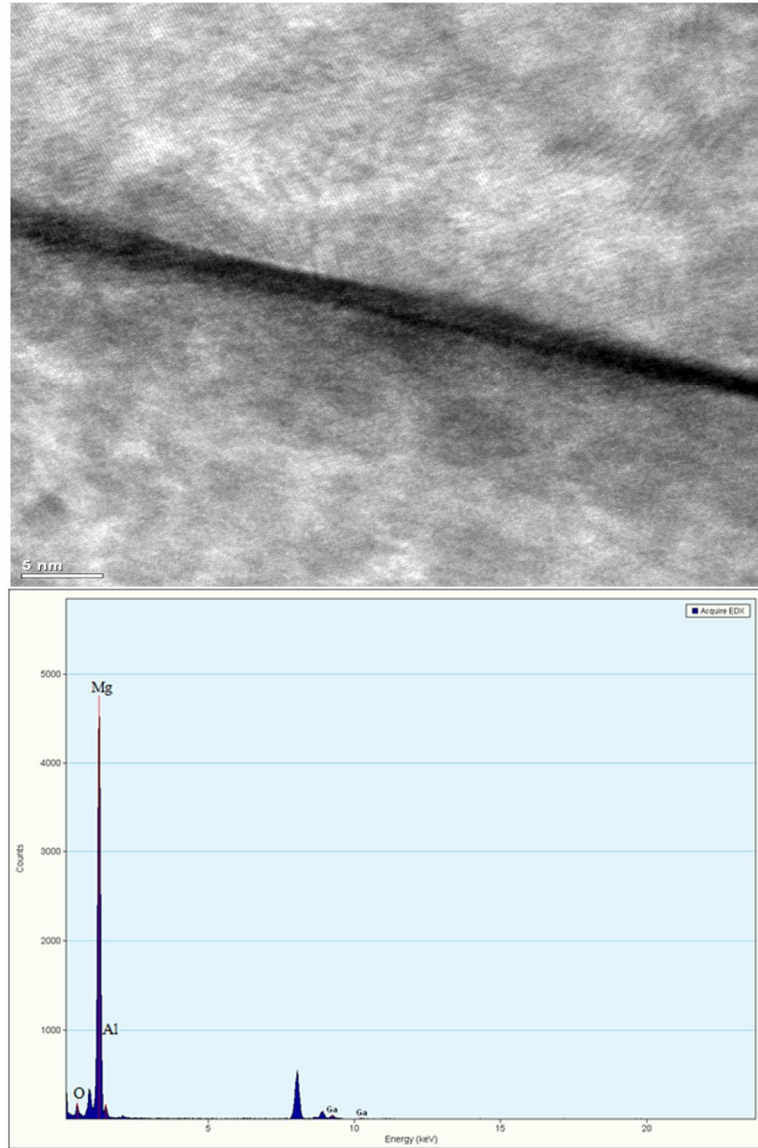
Şekil 3.9 16 numaralı numune tane yapıları

Şekil 3.10'da 16 numaralı numunedeki antifaz domain yapısı, tane ve antifaz sınırları görülmektedir.



Şekil 3.10 16 numaralı numuneye ait Antifaz Domain yapısı ve tane sınırları

Şekil 3.11'de 16 numaralı numune tane sınırı ve tane sınırından alınmış EDX analizi sonucu görülmektedir. Bu analizden tane sınırlarında magnezyum, alüminyum ve oksitlerin biriktiği anlaşılmaktadır. Bu yapının malzemeyi gevrekleştireceği ve mekanik zorlamalar karşısında zayıflatacağı değerlendirilmiştir. Karbon piki bulunmadığından inceleme yapılmayan diğer bölgelerde bulunan KNT'ler için TEM incelemeleri kapsamında değerlendirme yapılamamıştır.



Şekil 3.11 Tane sınırı ve EDX analizi

3.2.2. Yoğunluk

AZ41, KNT ve seryum tozlarının yoğunluk ölçüm sonuçları Tablo 3.1.'de verilmiştir.

Tablo 3.1 Toz malzemelerin yoğunluk değerleri

Malzeme	Yoğunluk (g/cm ³)
AZ41	1,8187
KNT	2,0787
Seryum (S)	6,77

Ölçülen değerlerle her bir numune (N) için karışım oranları esas alınarak teorik yoğunluklar aşağıdaki eşitlikle hesaplanmıştır.

$$D_{TN}=D_{TAZ41}.\% AZ41+ D_{TKNT}.\% KNT+ D_{TS}.\% S \quad (3.1)$$

D_{TK} : Karışımın teorik yoğunluğu

D_{TAZ41} : AZ41 teorik yoğunluğu

D_{TKNT} : KNT'nin teorik yoğunluğu

D_{TS} : Seryumun teorik yoğunluğu

% AZ41 = Numunedeki AZ41 yüzdesi

% KNT = Numunedeki KNT yüzdesi

% S = Numunedeki seryum yüzdesi

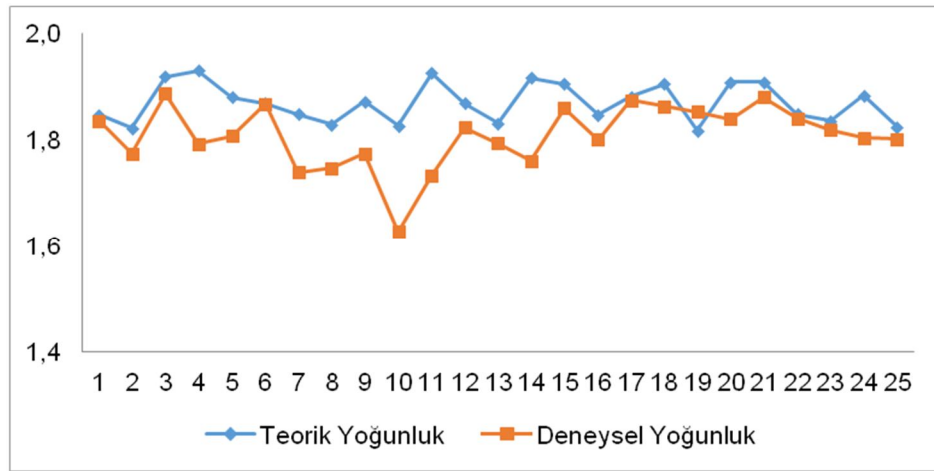
Numunelerin teorik ve deneysel yoğunlukları ile bu değerler kullanılarak hesaplanan gözeneklilik değerleri Tablo 3.2'de verilmiştir. Gözeneklilik değeri hesaplanırken aşağıdaki eşitlik kullanılmıştır.

$$\text{Gözeneklilik yüzdesi} = [(D_{TN}-D_D)/(D_{TN})] \times 100 \quad (3.2)$$

Tablo 3.2 Numunelerin teorik, deneysel yoğunlukları ve gözeneklilik değerleri

Numune	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Deneysel Yoğunluk (g/cm ³)	Gözeneklilik %
1	1,8482	1,8363	0,6436
2	1,8226	1,7750	2,6117
3	1,9202	1,8880	1,6767
4	1,9307	1,7936	7,1023
5	1,8810	1,8080	3,8829
6	1,8702	1,8690	0,0645
7	1,8494	1,7403	5,9017
8	1,8297	1,7486	4,4310
9	1,8734	1,7750	5,2521
10	1,8279	1,6293	10,8626
11	1,9266	1,7340	9,9989
12	1,8702	1,8240	2,4706
13	1,8317	1,7950	2,0036
14	1,9177	1,7623	8,1047
15	1,9066	1,8603	2,4284
16	1,8482	1,8020	2,4995
17	1,8826	1,8750	0,4022
18	1,9066	1,8636	2,2553
19	1,8187	1,8543	1,0282
20	1,9093	1,8396	3,6516
21	1,9093	1,8810	1,4833
22	1,8494	1,8410	0,4568
23	1,8370	1,8200	0,9265
24	1,8842	1,8050	4,2026
25	1,8251	1,8030	1,2121

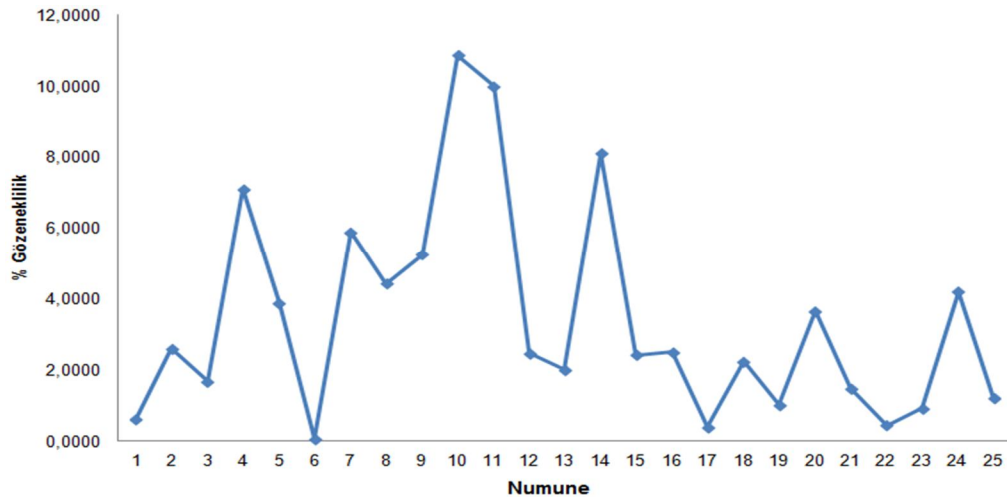
Verilerin standart sapmaları incelendiğinde, teorik yoğunluğun 0,036; deneysel yoğunluğun 0,057 ve gözeneklilik değerinin 2,917 olduğu görülür. Gözeneklilik değerinin standart sapmasının teorik ve deneysel yoğunluk değerlerine göre yüksek olduğu dikkat çekmekle birlikte bu değerlerin farklı takviye oranlarına sahip numunelere ait olması nedeniyle farklı yoğunluklarda olduğu ve bu nedenle standart sapmalarının değişken olabileceği unutulmamalıdır. Numunelerin teorik ve deneysel yoğunluklarının grafiksel gösterimi ise Şekil 3.12’de verilmiştir.



Şekil 3.12 Numune Teorik ve Deneysel Yoğunlukları

Şekilden görüldüğü üzere tüm numunelerin teorik ve deneysel yoğunluk değerleri genel olarak birbirine oldukça yakındır. 10 numaralı numuneye ait teorik ve deneysel yoğunluk değerleri arasındaki fark dikkat çekmekle birlikte 1, 6, 17, 22, 23 ve 25 gibi birçok numunenin yoğunluk değerleri ve teorik yoğunlukları oldukça yakındır.

Numune % gözeneklilik değerleri Şekil 3.13’de verilmiştir.

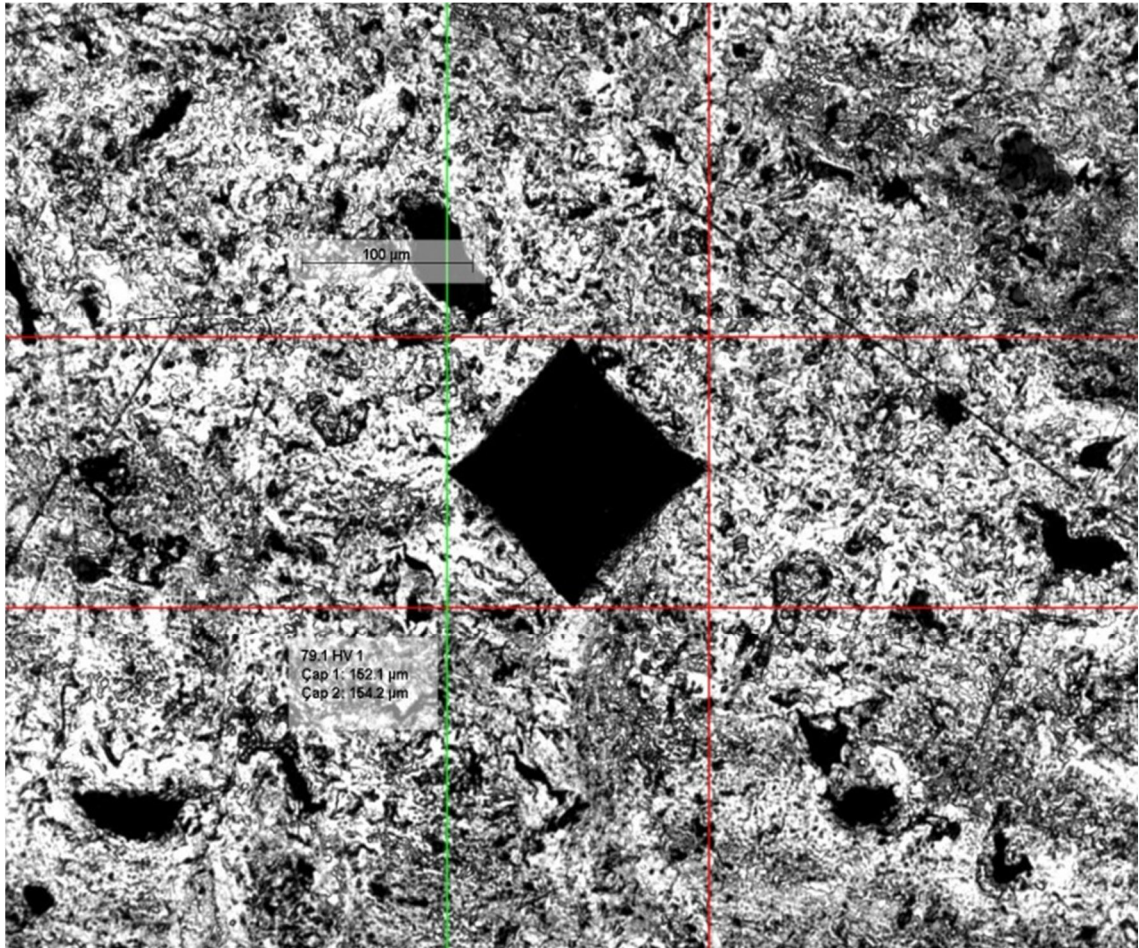


Şekil 3.13 Numune gözeneklilik yüzdesinin grafiksel gösterimi

Gözeneklilik değerleri incelendiğinde en yüksek gözeneklilik değerine sahip numunelerden 4 (% 5 KNT - % 2 seryum), 10 (% 3,52 KNT) ve 11 (% 3,43 KNT - %2 seryum) numaralı numunelerin KNT içeren numuneler olduğu sadece 14 (%2 seryum) numaralı numunede KNT bulunmadığı görülmektedir. Genel olarak KNT takviyesinin kompozit numunelerde gözenekliliği artırdığı görülmektedir.

3.2.3. Sertlik

Sertlik ölçümlerini örneklemek üzere 6 numaralı numunenin üzerindeki sertlik izi optik görüntüsü Şekil 3.14’de verilmiştir. Sertlik ölçümlerinde, her bir numuneden en az 3 ölçüm yapılarak ortalama sertlik değerleri verilmiştir.



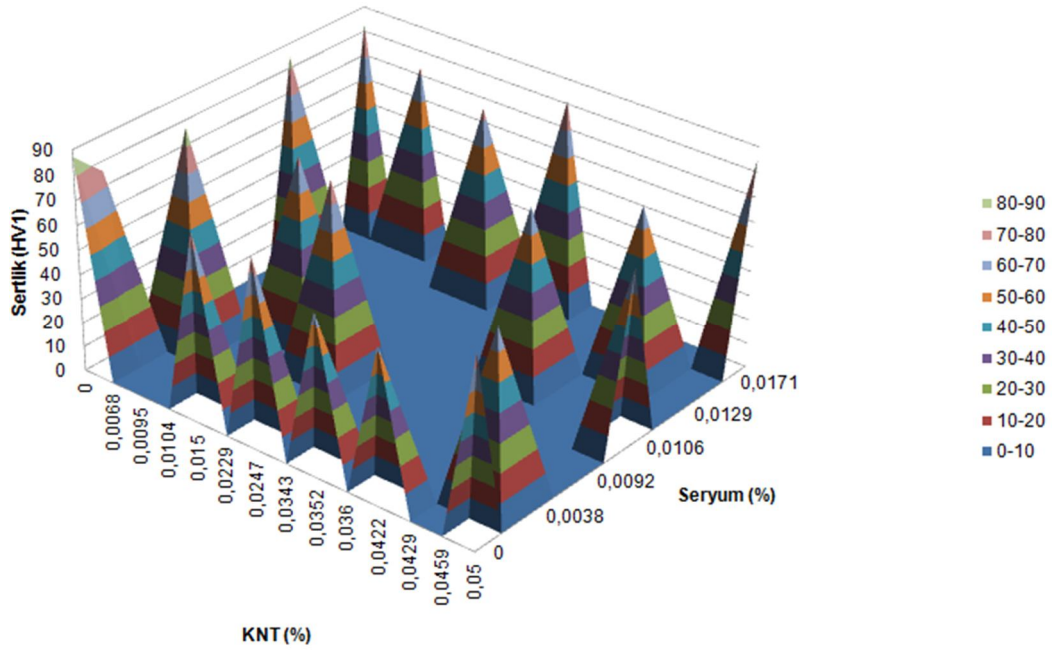
Şekil 3.14 6 numaralı numune sertlik ölçümü optik görüntüsü

Şekilde görüldüğü üzere numunelerde oluşan izlerin ölçüm sonuçları kullanılıp ASTM E384 [65] standardına uygun olarak elde edilen ortalama sertlik değerleri Tablo 3.3’de verilmiştir.

Tablo 3.3 Numunelerin sertlik deęerleri

Numune	Sertlik (HV-1kgf)
1	81,3
2	77
3	73,2
4	84,8
5	70,2
6	79,1
7	66,3
8	63,5
9	73,7
10	66,3
11	81,3
12	68,7
13	76,7
14	82,7
15	68,5
16	86,9
17	84,5
18	64,7
19	87,2
20	70,5
21	74,5
22	68,9
23	76
24	71,6
25	77,5

Sertlik deęerlerinin standart sapması 6,618 olarak hesaplanmıřtır. Bu deęerlerin farklı takviye oranlarına sahip numunelere ait olması nedeniyle farklı sertliklerde olması ve bu nedenle de standart sapmanın yüksek olması normal bir sonutur. Sertlik deęerlerinin takviye oranlarına gre deęiřimi řekil 3.15’de verilmiřtir.



Şekil 3.35 Sertlik değerinin (HV1) takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.

Kompozit numunelerin takviye oranlarının sertlik değerine olan etkisi Design expert 8.0.7.1 yazılımı kullanılarak geliştirilen tahmin modeli ile incelenmiştir. Model tüm etkileşimleri kapsaması bakımından en üst model olan kuartik olarak seçilmiş ve yetersiz terimlerin elenmesi sonucu aşağıda verilen indirgenmiş kuadratik bir model elde edilmiştir. Model için ANOVA (varyans analizi) tablosu Tablo 3.4’de verilmiştir.

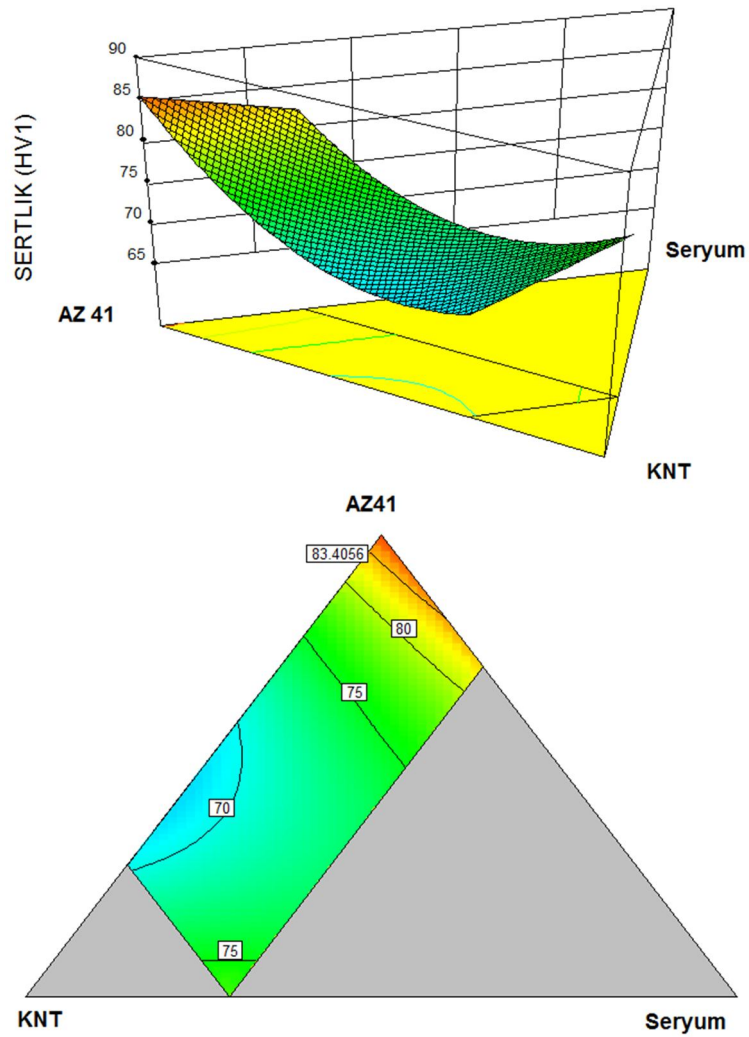
$$\text{Sertlik} = +85.51336 * \text{AZ41} + 9871.44670 * \text{KNT} - 78.33228 * \text{Seryum} - 10634.45054 * \text{AZ41} * \text{KNT}$$

Tablo 3.4 Sertlik değeri için varyans analizi tablosu

	Kareler Toplamı	df	Ort. Kare	F Değeri	p-değeri
					Olas. > F
Model	608,16	3	202,72	7,01	0,0019
Lineer Karışım	403,99	2	202	6,99	0,0047
AZ41* KNT	204,17	1	204,17	7,06	0,0147
Residual	607,09	21	28,91		
Uygunsuzluk	518,73	16	32,42	1,83	0,2603
Saf hata	88,36	5	17,67		
Cor toplam	1215,25	24			

Tablo 3.4'te varyans analizinde yer alan ve istatistiksel hesaplamalarda kullanılan bazı terimlerini kısaca açıklayacak olursak; kareler toplamı ilgili terimin etkisi nedeniyle ortalamadan sapmaların karelerinin toplamını, df modeldeki terim sayısının 1 eksiği olarak hesaplanan serbestlik derecesini, F değeri hata varyansı ile terim varyansının karşılaştırmasını ifade etmektedir. Analizde görüldüğü gibi model, lineer karışım ve AZ41*KNT terimi için, p değeri 0,05 den küçük olduğundan geçerlidir. Bununla birlikte model uygunsuzluğu için p değerinin 0,05'den büyük (0,2603) olması, model uygunsuzluğunun önemsiz olduğu anlamına gelmektedir. Böylelikle geliştirilen modelin uygun olduğu anlaşılmaktadır.

Elde edilen modeller kullanılarak tahmin edilen sertlik değerleri için 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü Şekil 3.16'da verilmiştir.



Şekil 3.46 Sertlik değeri 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü.

Görüldüğü üzere sertlik değeri KNT takviye oranının artmasıyla belirgin oranda azalırken seryum oranındaki artışla daha yavaş azalma görülmektedir. KNT oranının çok olduğu kompozitlerde seryum ilavesinin sertlik değerinde az da olsa bir artış sağladığı da dikkat çekmektedir.

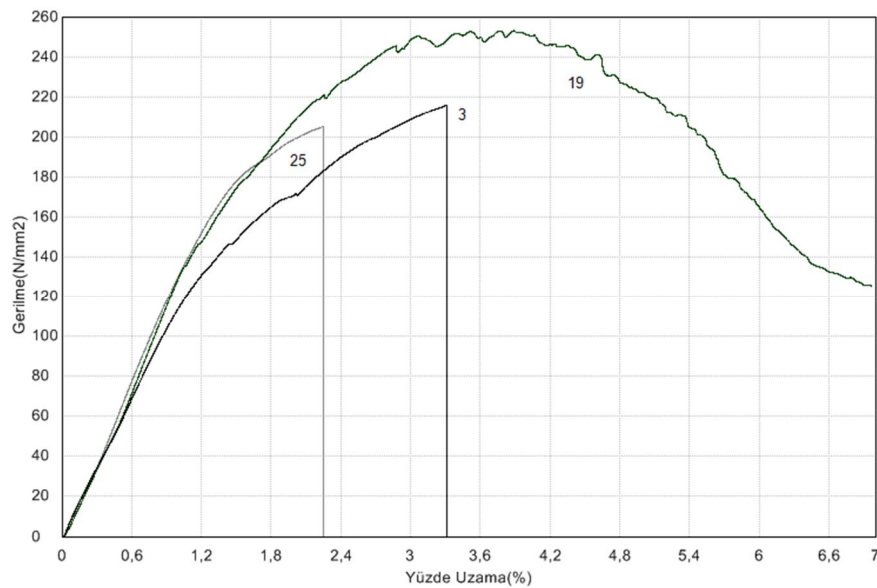
3.2.4. Maksimum Çekme Gerilmesi ve Kopma Uzaması

Numunelere uygulanan test sonrası kopmuş test numunelerinin görüntüsü Şekil 3.17’de verilmiştir.



Şekil 3.57 Çekme numunesi görüntüsü.

Gerçekleştirilen test sonrası 3 (% 0,95 KNT ve % 2 seryum takviyeli), 19 (takviyesiz) ve 25 (% 2,47 KNT takviyeli) numaralı numunelere ait maksimum çekme gerilmesi ve kopma uzaması eğrileri Şekil 3.18’de verilmiştir.



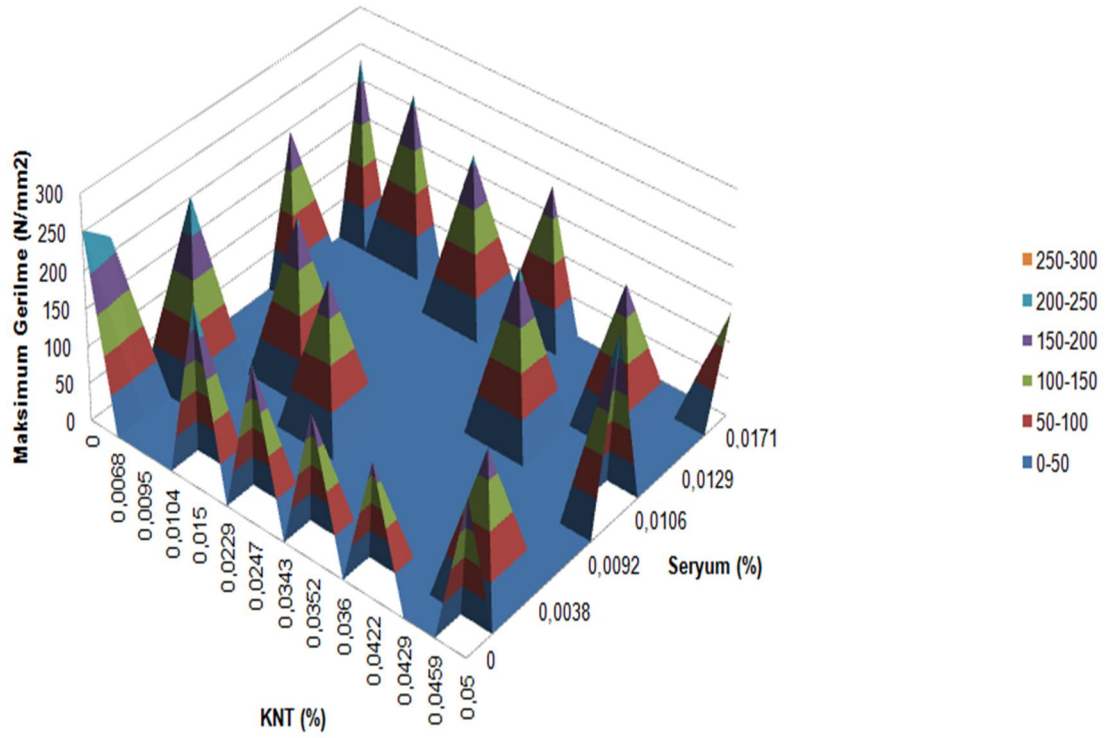
Şekil 3.68 3, 19 ve 25 numaralı numunelerin çekme gerilmesi ve kopma uzaması değerleri.

Numunelerin tamamına ait maksimum çekme gerilmesi ve kopma uzaması değerleri ise Tablo 3.5'te görülmektedir.

Tablo 3.5 Maksimum çekme gerilmesi ve kopma uzaması değerleri

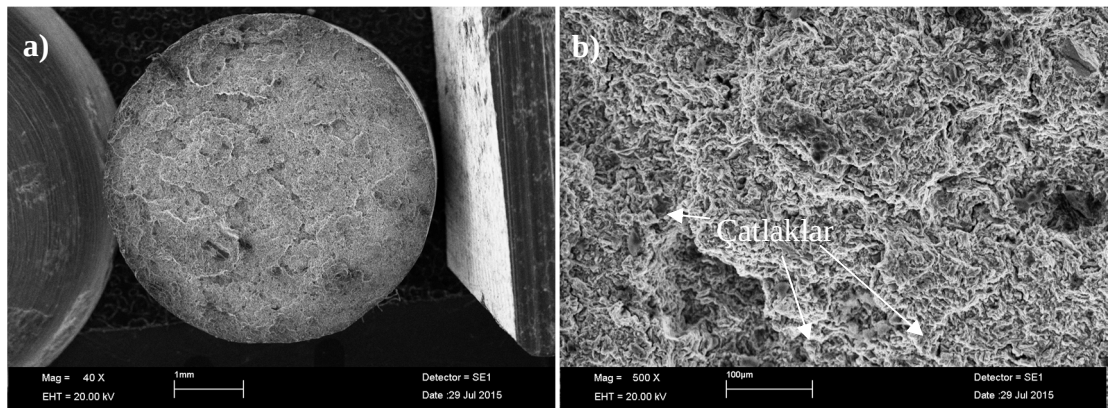
Numune	Çekme Gerilmesi (N/mm ²)	Kopma Uzaması (%)
1	236,329	1,8905
2	243,357	2,1889
3	215,636	3,3093
4	139,834	1,6149
5	216,871	3,5026
6	208,057	2,8545
7	181,681	2,1908
8	174,437	3,1291
9	209,035	2,2308
10	190,084	2,6576
11	186,169	2,261
12	191,827	2,3457
13	199,998	2,2611
14	229,242	4,0174
15	186,197	1,5879
16	244,558	2,9014
17	196,035	2,0517
18	186,197	1,5879
19	252,959	3,8889
20	185,454	1,4459
21	212,366	2,0789
22	196,668	2,0967
23	219,996	2,0327
24	243,74	1,9059
25	205,039	2,2507

Maksimum çekme gerilmesi değerinin standart sapması 25,826; kopma uzaması değerinin standart sapması ise 0,69 olarak hesaplanmıştır. Maksimum çekme gerilmesi değerlerinin farklı takviye oranlarına sahip numunelere ait olması nedeniyle standart sapmanın yüksek olması normal bir sonuçtur. Maksimum çekme gerilmesi değerlerinin takviye oranlarına göre değişimi ise Şekil 3.19'da verilmiştir.

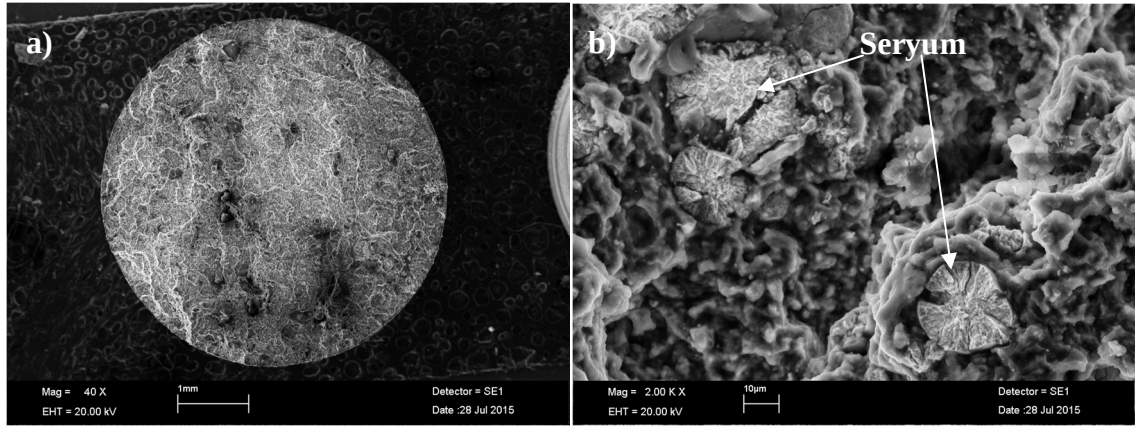


Şekil 3.79 Maksimum çekme gerilmesi değerlerinin (N/mm^2) takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.

14 numaralı numune % 4,0174 ile en yüksek kopma uzamasına sahiptir. Ayrıca 229,242 N/mm^2 'lik çekme gerilmesi değeri ile de dikkat çekmektedir. Kırık yüzey ve yüzeye ait detay SEM görüntüleri Şekil 3.20'de verilen takviyesiz numune ile karşılaştırıldığında, çekme gerilmesi değerinde % 10,3 azalmaya karşılık malzeme sünekliğinde % 3,3 artış olduğu görülmektedir. 14 numaralı numunenin kırık yüzey görüntüsü ise Şekil 3.21'de verilmiştir.



Şekil 3.20 19 numaralı numune SEM görüntüsü a) kırık yüzey b) kırık yüzey detayı



Şekil 3.21 14 numaralı numune SEM görüntüsü a) kırık yüzey b) kırık yüzey detayı.

Kırık yüzey incelemelerinde rastlanılan ve bileşen sınırlarında görülen birtakım boşluk ve çatlakların malzemeyi kırılğanlaştırdığı ve daha az enerji yutmasına sebep olduğu değerlendirilmiştir. Mikroyapı kısmında bahsedildiği üzere magnezyum alaşımında bulunan ve tane sınırlarına yerleşen gevrek yapıya sahip olduğu bilinen bazı intermetaliklerin $((\text{MgCa})\text{CO}_3)$ [62, 63] malzemeyi kırılğanlaştırdığı değerlendirilmektedir. Daha önce yapılan çalışmalarda % 0,3 KNT bulunan kompozit malzeme maksimum çekme gerilmesi 210 MPa olarak elde edildiği görülmüştür [11]. Bu çalışmada ise % 0,3 KNT takviye oranına en yakın takviye oranına (% 0,68) sahip olan 16 numaralı numunenin çekme gerilmesi değeri 244 MPa olarak gerçekleşmiştir. Bu farklılığın sadece KNT oranına bağlı olarak değerlendirilmemesi, aynı zamanda katkı malzemelerinin ve numune üretim yönteminin farklılığının da dikkate alınması yerinde olacaktır. Ancak, çekme gerilmesi değerleri genel olarak incelendiğinde KNT oranı yüksek olan numunelerin çekme gerilmesi değerinin düşük olmasına (%5 KNT oranına sahip 13 numaralı numune için 199,998 MPa), mikroyapı incelemelerinde bahsedildiği üzere homojen dağılmamış KNT'lerden kaynaklanan gözenekler ve kusurlar ile tane sınırlarında oluşan magnezyum kalsit gibi birtakım bileşiklerin neden olduğu değerlendirilmiştir (Şekil 3.7, Şekil 3.11).

Kompozit numunelerin takviye oranlarının numunelerin maksimum gerilme ve kopma uzaması değerlerine olan etkisi Design expert 8.0.7.1 yazılımı kullanılarak geliştirilen tahmin modeli ile incelenmiştir. Model tüm etkileşimleri kapsaması bakımından en üst model olan kuartik olarak seçilmiş ve yetersiz terimlerin elenmesi sonucu maksimum gerilme için indirgenmiş özel kuartik, kopma uzaması (%) için ise indirgenmiş kuartik modeller elde edilmiştir.

Aşağıda verilen maksimum gerilme için geliştirilen modelin ANOVA (varyans analizi) tablosu Tablo 3.6’da verilmiştir.

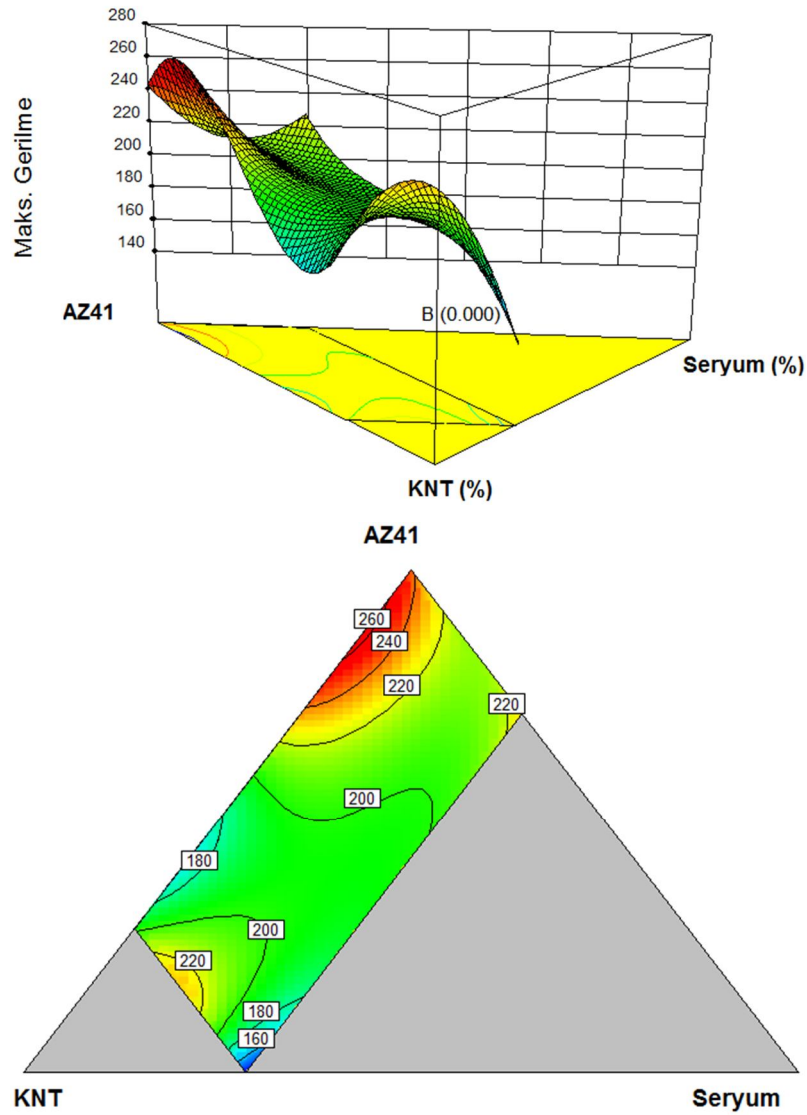
$$\begin{aligned} \text{Maksimum Çekme Gerilmesi} = & +243.36 * AZ41 + 534.19 * KNT + 1007.24 * \text{Seryum} \\ & -843.57 * AZ41 * KNT - 1141.23 * AZ41 * \text{Seryum} - 2592.54 * KNT * \text{Seryum} + 941.33 * \\ & AZ41 * KNT * (AZ41 - \text{Seryum}) + 9213.68 * AZ41 * KNT^2 * \text{Seryum} \end{aligned}$$

Tablo 3.6 Maksimum çekme gerilmesi değeri için varyans analizi tablosu

	Kareler Toplamı	df	Ort. Kare	F Değeri	p-değeri
					Olas. > F
Model	13678,72	7	1954,10	11,08	< 0,0001
Lineer Karışım	7164,32	2	3582,16	20,31	<0,0001
AZ41* KNT	5193,24	1	5193,24	29,44	<0,0001
AZ41* Seryum	1247,30	1	1247,30	7,07	0,0165
KNT*Seryum	3122,03	1	3122,03	17,70	0,0006
AZ41* KNT*(AZ41-KNT)	4214,82	1	4214,82	23,89	0,0001
AZ41*KNT ² *Seryum	6024,64	1	6024,64	34,15	<0,0001
Residual	2998,94	17	176,41		
Uygunsuzluk	2358,70	12	196,56	1,54	0,3338
Saf hata	640,24	5	128,05		
Cor toplam	16677,66	24			

Analizde model terimlerinin p değerlerinin 0,05 den küçük yani geçerli olduğu görülmektedir. Bununla birlikte model uygunsuzluğu için p değeri, 0,05 den büyük (0,3338) olması, model uygunsuzluğunun önemsiz olduğu anlamına gelmektedir. Böylelikle geliştirilen modelin uygun olduğu anlaşılmaktadır.

Elde edilen modeller kullanılarak tahmin edilen maksimum çekme gerilmesi değerleri için 3 boyutlu yüzey görüntüsü Şekil 3.22’de verilmiştir.



Şekil 3.22 Maksimum çekme gerilmesi için 3 boyutlu yüzey görüntüsü.

Çekme gerilmesi değeri takviyesiz numunede en yüksek değere ulaşmaktadır. Takviye elemanı olarak sadece KNT bulunan numunelerde, takviye oranı yaklaşık % 1.5 üzerine çıktıktan sonra maksimum gerilme değerinde azalma görülmektedir. Yani % 1,5 KNT oranına kadar kompozitin çekme gerilmesi fazla etkilenmemektedir. Çekme gerilmesinin en düşük değeri, KNT ve seryum takviyesinin en yüksek olduğu kompozitlerde görülmektedir. Özellikle seryum takviye oranının % 0,5 değerine kadar genel olarak azaldıktan sonra sabit bir seyir izlediği görülmektedir. KNT takviye oranının % 1 olduğu kompozitlerde ise seryum takviye oranının % 0,2 değerine kadar çekme gerilmesi değerinde düşüş olmadığı dikkat çekmektedir.

Aşağıda verilen kopma uzaması için geliştirilen modelin ANOVA (varyans analizi) tablosu Tablo 3.7’de verilmiştir.

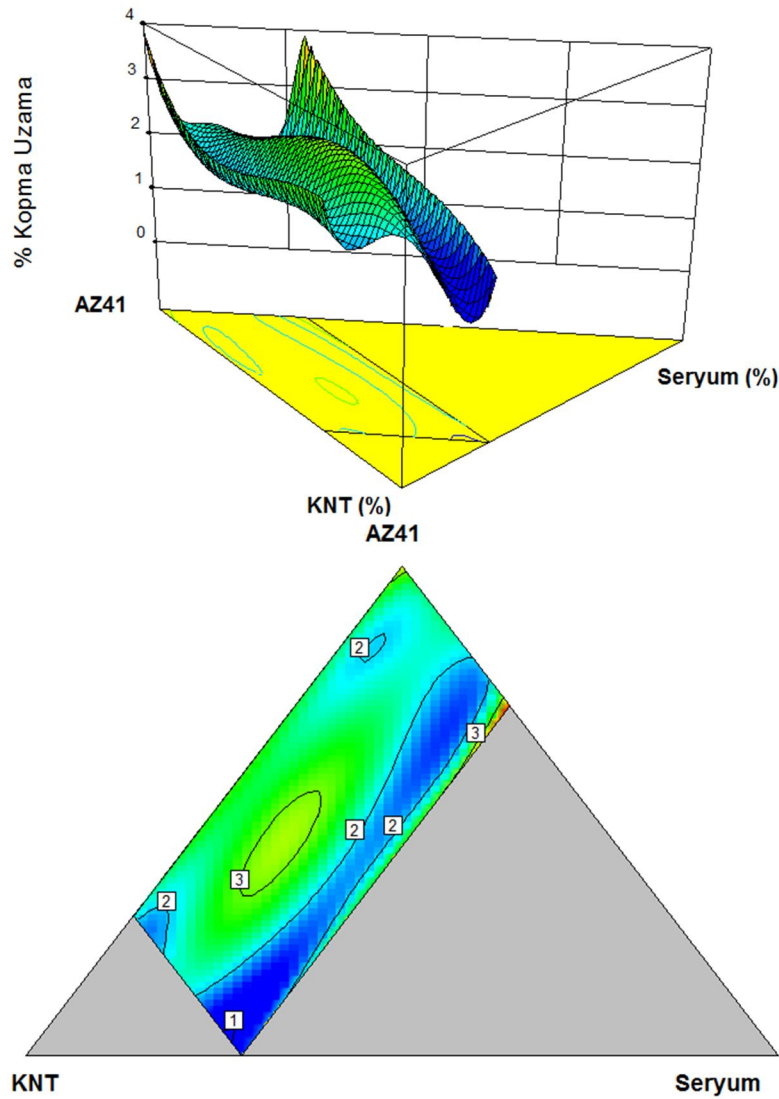
$$\begin{aligned}
\text{Kopma Uzaması} = & +3.82 * AZ41 + 1.15 * KNT + 4180.39 * Seryum - 7863.68 \\
& * AZ41 * Seryum - 7925.72 * KNT * Seryum - 9.01 * AZ41 * KNT * (AZ41 - KNT) + 5517.16 * \\
& AZ41 * Seryum * (AZ41 - Seryum) + 5724.14 * KNT * Seryum * (KNT - Seryum) \\
& + 5562.56 * AZ41^2 * KNT * Seryum + 5393.88 * AZ41 * KNT^2 * Seryum \\
& + 18733.06 * AZ41 * KNT * Seryum^2 - 1887.16 * AZ41 * Seryum * (AZ41 - Seryum)^2 - \\
& 2049.13 * KNT * Seryum * (KNT - Seryum)^2
\end{aligned}$$

Tablo 3.7 Kopma uzaması değeri için varyans analizi tablosu

	Kareler Toplamı	df	Ort. Kare	F Değeri	p-değeri
					Olas. > F
Model	9,80	12	0,82	4,66	0,0062
Lineer Karışım	2,00	2	1,00	5,70	0,0182
AZ41*Seryum	1,88	1	1,88	10,71	0,0067
KNT*Seryum	1,90	1	1,90	10,84	0,0064
AZ41*KNT*(AZ41-KNT)	1,27	1	1,27	7,23	0,0197
AZ41 *Seryum *(AZ41- Seryum)	1,82	1	1,82	10,38	0,0073
KNT *Seryum *(KNT- Seryum)	1,92	1	1,92	10,94	0,0063
AZ41 ² *KNT*Seryum	1,98	1	1,98	11,27	0,0057
AZ41*KNT ² *Seryum	1,89	1	1,89	10,76	0,0066
AZ41*KNT*Seryum ²	1,79	1	1,79	10,22	0,0077
AZ41*Seryum*(AZ41- Seryum) ²	1,79	1	1,79	10,22	0,0077
KNT*Seryum*(KNT- Seryum) ²	1,99	1	1,99	11,34	0,0056
Residual	2,11	12	0,18		
Uygunsuzluk	1,26	7	0,18	1,07	0,4896
Saf hata	0,85	5	0,17		
Cor toplam	11,91	24			

Model terimlerinin geçerli olduğu ve geliştirilen modelin uygun olduğu görülmektedir. Bununla birlikte model uygunsuzluğu için p değeri, 0,05 den büyük (0,4896) olması, model uygunsuzluğunun önemsiz olduğu anlamına gelmektedir. Böylelikle geliştirilen modelin uygun olduğu anlaşılmaktadır.

Elde edilen modeller kullanılarak tahmin edilen kopma uzaması değerleri için 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü Şekil 3.23’de verilmiştir.



Şekil 3.23 Kopma uzaması için 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü.

Yüzey görüntüsü incelendiğinde, maksimum kopma uzaması değerlerinin sadece takviyesiz ve %2 seryum takviyeli numunelerde elde edildiği görülmektedir. Özellikle dikkat çeken husus kopma uzaması değerinin daha çok seryum takviye oranındaki değişime bağlı olarak etkilenmesidir. Takviyesiz numuneden başlamak üzere seryum

takviyesinin artmasıyla kopma uzaması değerinde bir azalış olduktan sonra tekrar bir artış meydana gelmekte ve daha sonrasında % 1,2 ve % 1,6 seryum takviye oranlarında en düşük değerlere ulaşmaktadır. Seryum takviye oranında % 1,6 dan sonra % 2 artışla birlikte Kopma uzaması KNT takviyesinin olmadığı numunede en yüksek değerine ulaşmaktadır. kopma uzamasının en düşük olduğu bölge ise KNT ve seryum takviye oranlarının en yüksek olduğu numunelerdir. Bunun nedeni ise her iki takviye malzeme miktarlarının artışıyla etkileşimlerinin artması sonucu oluşan daha gevrek yapıya sahip ((MgCa)CO₃ gibi) bileşikler olduğu değerlendirilmektedir.

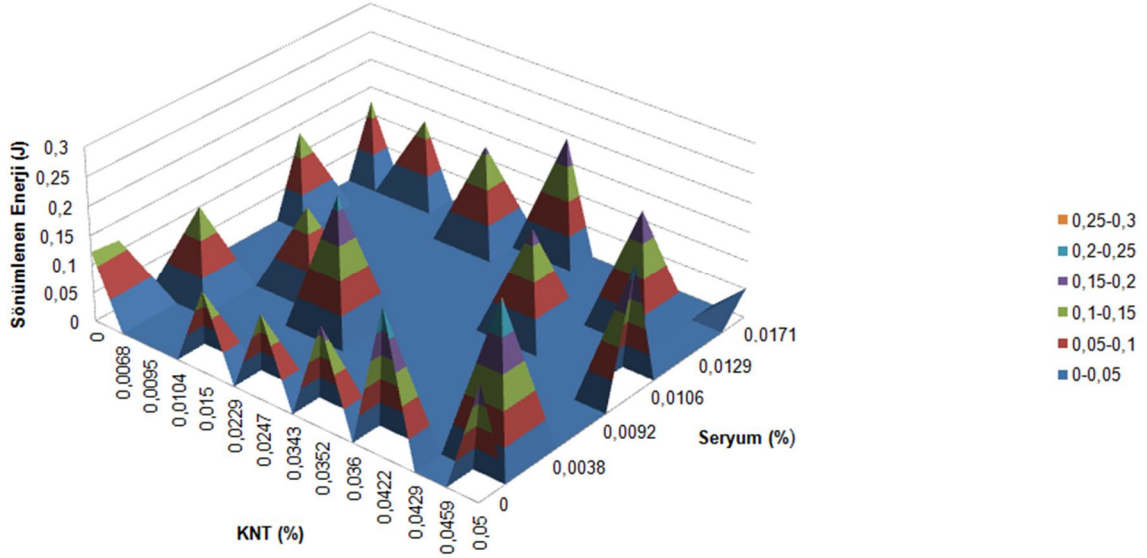
3.2.5. Enerji Sönümleme

Ağırlık düşürme test yöntemiyle gerçekleştirilen darbe deneyleri sonucunda numuneler tarafından sönümlenen enerji değerleri Tablo 3.8’de görülmektedir.

Tablo 3.8 Numuneler tarafından sönümlenen enerji değerleri

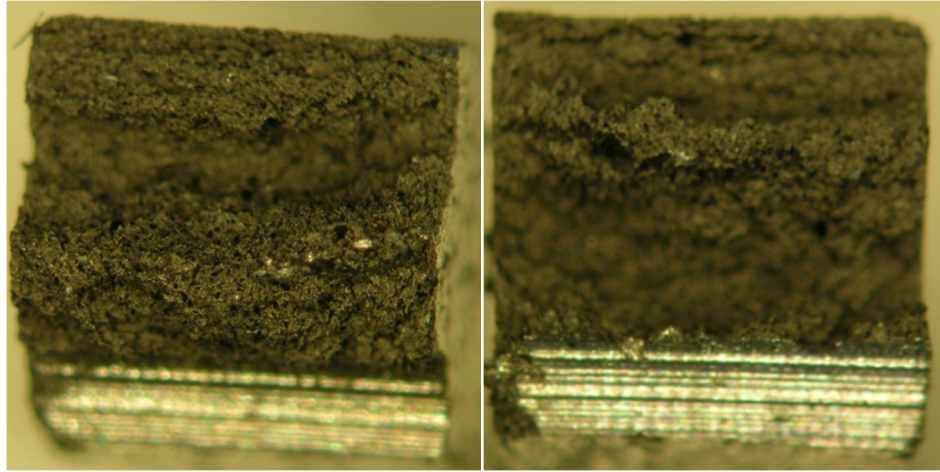
Numune	Sönümlenen Enerji (J)
1	0,1346
2	0,1411
3	0,1258
4	0,0508
5	0,1737
6	0,2215
7	0,2562
8	0,2501
9	0,1369
10	0,174
11	0,1923
12	0,2048
13	0,1953
14	0,1239
15	0,1966
16	0,1458
17	0,1355
18	0,1509
19	0,1221
20	0,1615
21	0,1364
22	0,1545
23	0,1166
24	0,227
25	0,147

Standart sapması 0,05 olarak hesaplanan sönümlenen enerji değerlerinin takviye oranlarına göre değişimi ise Şekil 3.24’de verilmiştir.



Şekil 3.84 Sönümlenen enerji değerlerinin (J) takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.

Enerji sönümleme özelliği yüksek seyreden numunelerden 8 numaralı numunenin (% 4,22 KNT) test sonrası kırık yüzey görüntüsü Şekil 3.25’de verilmiştir.

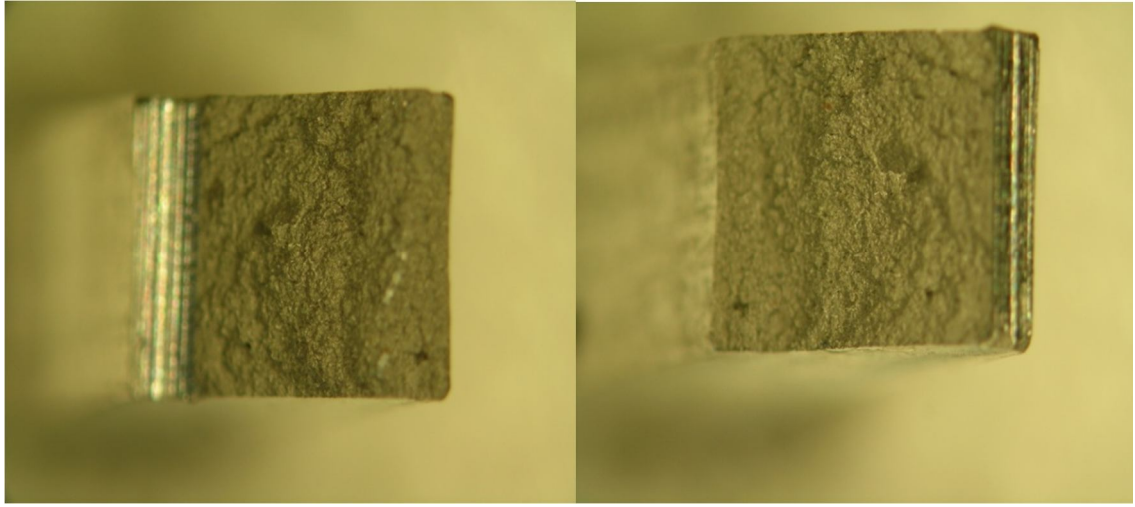


Şekil 3.95 8 numaralı numune kırık yüzey görüntüsü.

Görüntüler incelendiğinde yüzeylerin taneli ve gözenekli bir yapıya sahip olduğu ve plastik deformasyon izlerinin bulunmadığı karakteristik bir gevrek kırılma yüzeyi görülmektedir. Bu numunelerin % gözeneklilik ölçüm değerlerine bakıldığında gözeneklilik değerlerinin yüksek olduğu da dikkat çekmektedir. Bu durum çekme testi

sonucu elde edilen sonuçlarla da uyuşmaktadır. KNT takviyeli numunelerin, KNT'nin nano boyutta olması nedeniyle (topaklanmış olsalar bile), darbe kuvvetinin KNT sınırlarından da ilerlemesini ve sonuç olarak daha çok enerjinin sönümlenmesini sağladığı düşünülmektedir.

Enerji sönümleme özelliği düşük çıkan numunelerden 14 numaralı numunenin (sadece % 2 Seryum) test sonrası kırık yüzey görüntüsü Şekil 3.26'da verilmiştir.



Şekil 3.106 14 numaralı numune kırık yüzey görüntüsü.

Şekilde verilen görüntülerde yüzeyin Şekil 3.25'de görülen kırık yüzeye oranla gözeneksiz ve benzer şekilde taneli bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Çatlak ilerlemesinin tane sınırlarında ve herhangi bir plastik deformasyon izi bulunmadan gevrek bir kırılma karakteristiği göstererek gerçekleştiği de görülmektedir.

Kompozit numunelerin takviye oranlarının numunelerin sönümlenen enerji değerlerine olan etkisi Design expert 8.0.7.1 yazılımı kullanılarak geliştirilen tahmin modeli ile incelenmiştir. Model tüm etkileşimleri kapsamı bakımından en üst model olan kuartik olarak seçilmiş ve yetersiz terimlerin elenmesi sonucu aşağıda verilen indirgenmiş özel kuadratik bir model elde edilmiştir. Model için ANOVA (varyans analizi) tablosu Tablo 3.9'da verilmiştir.

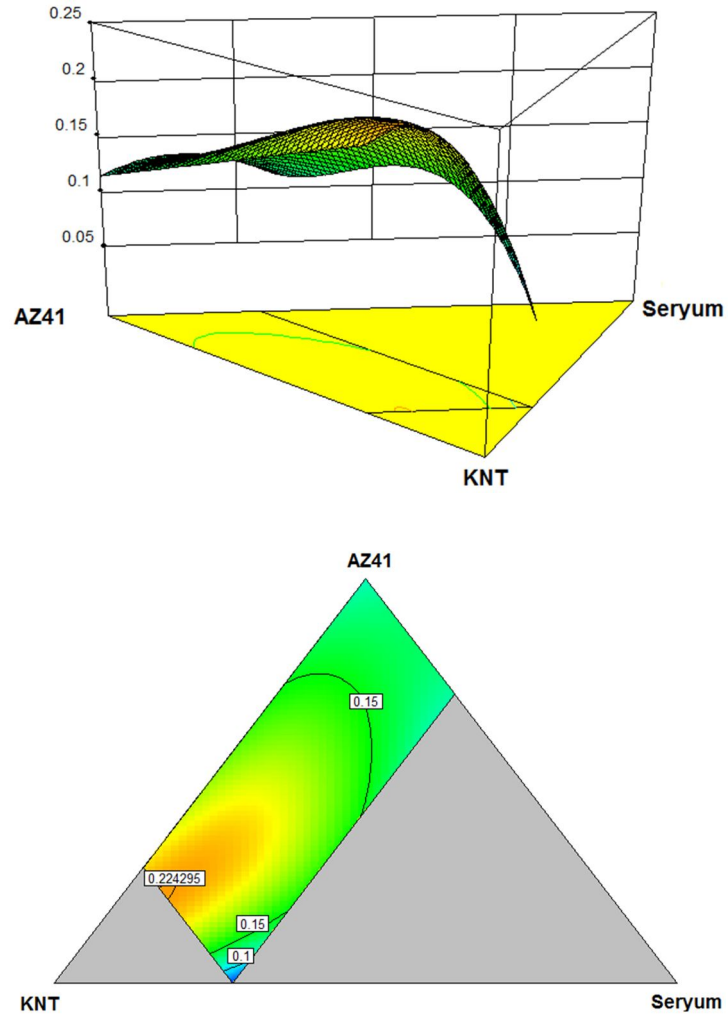
$$\mathbf{S.Enerji} = +0.12 * \mathbf{AZ41} + 0.25 * \mathbf{KNT} - 0.41 * \mathbf{Seryum} + 0.76 * \mathbf{AZ41} * \mathbf{Seryum} + 5.04 * \mathbf{AZ41} * \mathbf{KNT}^2 * \mathbf{Seryum}$$

Tablo 3.9 Sönümlenen enerji değerleri için varyans analizi tablosu

					p-değeri
	Kareler Toplamı	df	Ort. Kare	F Değeri	Olas. > F
Model	0,035	4	0,0083	10,41	0,0001
Lineer Karışım	0,016	2	0,0079	9,18	0,0015
AZ41* Seryum	0,010	1	0,010	12,25	0,0023
AZ41*KNT ² *Seryum	0,010	1	0,010	12,24	0,0023
Residual	0,017	20	0,00084		
Uygunsuzluk	0,010	15	0,00068	0,51	0,8581
Saf hata	0,006	5	0,0013		
Cor toplam	0,052	24			

Analizde üç adet model terimi için p değerlerinin 0,05 den küçük yani geçerli olduğu görülmektedir. Model uygunsuzluğu için p değerinin 0,05 den büyük (0,8581) olması, model uygunsuzluğunun önemsiz olduğu anlamına gelmektedir. Sonuç olarak geliştirilen modelin uygun olduğu anlaşılmaktadır.

Elde edilen modeller kullanılarak tahmin edilen enerji sönümleme değerleri için 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü Şekil 3.27’de verilmiştir. Görüldüğü üzere enerji sönümleme değeri KNT takviye oranına paralel olarak artmakta iken seryum oranının yüksek olduğu kompozitlerde ise çok keskin bir düşüş görülmektedir. Bu durum yukarıda tartışılan 7 ve 14 numaralı numune sonuçları ile de deneysel olarak doğrulanmaktadır. Dikkat çeken bir diğer husus ise KNT takviye elemanının olmadığı numunelerin enerji sönümleme özelliğinin düşük ve seryum takviye oranındaki değişimden oldukça az etkilenmesidir.



Şekil 3.117 Sönümlenen enerji değerlerinin 3 boyutlu yüzey ve kontur görüntüsü.

3.2.6. Korozyon

Deionize su ile hazırlanan tuzlu su çözeltisinde (tuz oranı % 3) 20°C ve 70°C’de 24, 48 ve 96 saat süreyle gerçekleştirilen korozyon testleri için korozyon oranları (KO) yılda milimetre (mm/y) cinsinden hesaplanmış olup, kullanılan eşitlik aşağıda verilmiştir.

$$KO = (K \times A_k) / (A_l \times T \times D) \quad [62] \quad (3.3)$$

KO: Korozyon Oranı

K: $8,76 \times 10^4$ (mm/y için katsayı)

A_k: Ağırlık kaybı

A_l: Numune yüzey alanı

T: Test süresi (24, 48, 96)

D: Yoğunluk

Her bir numune için denklemde kullanılan değerler ve korozyon test sonuçları oda sıcaklığı için Tablo 3.10’da 70°C sıcaklık için ise Tablo 3.11’de görülmektedir.

Tablo 3.10 Numunelere ait bazı özellikler ve oda sıcaklığında korozyon test sonuçları

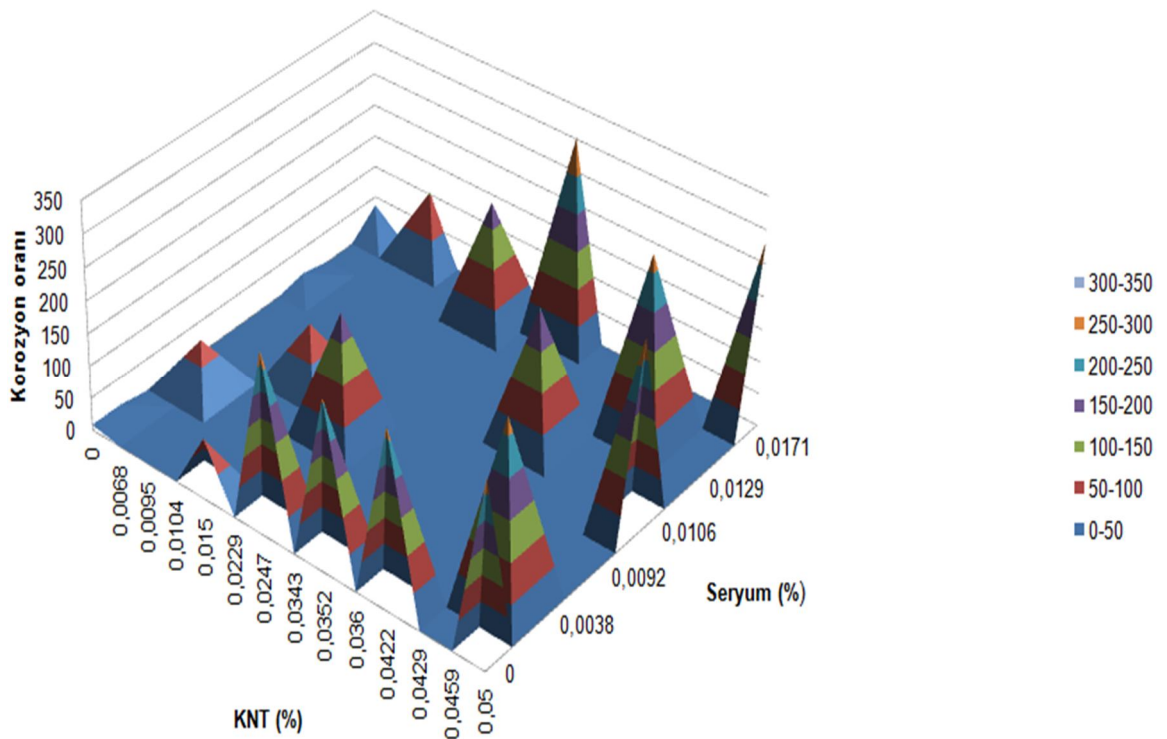
Num.		24 Saat			48 Saat			96 Saat		
	D	Ak	Al	KO	Ak	Al	KO	Ak	Al	KO
1	1,8363	0,088	2,611	67,00	0,215	2,600	82,287	0,409	2,625	77,333
2	1,7750	0,112	2,507	92,20	0,269	2,455	112,447	-	-	-
3	1,8880	0,142	2,652	103,68	0,352	2,678	127,187	-	-	-
4	1,7936	0,331	2,381	283,07	-	-	-	-	-	-
5	1,8080	0,253	2,516	202,98	0,421	2,452	173,179	-	-	-
6	1,8690	0,250	2,568	190,09	0,396	2,541	152,051	-	-	-
7	1,7403	0,373	2,611	299,46	-	-	-	-	-	-
8	1,7486	0,317	2,461	268,94	-	-	-	-	-	-
9	1,7750	0,100	2,293	90,05	0,279	2,323	123,563	-	-	-
10	1,6293	0,278	2,421	257,42	-	-	-	-	-	-
11	1,7340	0,349	2,432	302,09	-	-	-	-	-	-
12	1,8240	0,248	2,639	187,72	0,426	2,478	172,069	-	-	-
13	1,7950	0,325	2,377	278,11	-	-	-	-	-	-
14	1,7623	0,043	2,446	36,24	0,089	2,427	38,055	0,341	2,262	78,088
15	1,8603	0,327	2,335	274,74	-	-	-	-	-	-
16	1,8020	0,094	2,546	75,09	0,197	2,492	80,210	0,368	2,408	77,338
17	1,8750	0,012	2,410	9,53	0,017	2,535	6,642	0,041	2,423	8,274
18	1,8636	0,320	2,353	266,52	-	-	-	-	-	-
19	1,8543	0,010	2,485	8,08	0,018	2,397	7,392	0,051	2,531	9,975
20	1,8396	0,242	2,602	184,50	0,385	2,571	148,515	-	-	-
21	1,8810	0,231	2,439	183,71	0,369	2,423	147,727	-	-	-
22	1,8410	0,312	2,258	273,84	-	-	-	-	-	-
23	1,8200	0,010	2,506	8,00	0,013	2,527	5,040	0,037	2,549	7,180
24	1,8050	0,341	2,385	289,00	-	-	-	-	-	-
25	1,8030	0,314	2,308	275,83	0,350	2,462	143,750	-	-	-

Tablo 3.11 Numunelere ait bazı özellikler ve 70°C’de korozyon test sonuçları

Num.		24 Saat			48 Saat			96 Saat		
	D	Ak	Al	KO	Ak	Al	KO	Ak	Al	KO
1	1,8363	0,140	2,513	110,56	0,361	2,516	142,643	-	-	-
2	1,7750	0,201	2,416	170,93	-	-	-	-	-	-
3	1,8880	0,250	2,678	180,47	-	-	-	-	-	-
4	1,7936	0,402	2,523	324,25	-	-	-	-	-	-
5	1,8080	0,355	2,650	270,28	-	-	-	-	-	-
6	1,8690	0,315	2,554	240,79	-	-	-	-	-	-
7	1,7403	0,419	2,509	350,55	-	-	-	-	-	-
8	1,7486	0,374	2,471	315,71	-	-	-	-	-	-
9	1,7750	0,197	2,542	158,98	-	-	-	-	-	-
10	1,6293	0,378	2,483	341,10	-	-	-	-	-	-
11	1,7340	0,398	2,400	348,81	-	-	-	-	-	-
12	1,8240	0,322	2,521	255,29	-	-	-	-	-	-
13	1,7950	0,394	2,504	319,69	-	-	-	-	-	-
14	1,7623	0,063	2,354	55,26	0,152	2,753	57,222	0,176	2,608	34,942
15	1,8603	0,397	2,446	318,67	-	-	-	-	-	-
16	1,8020	0,139	2,558	110,32	0,373	2,477	152,334	-	-	-
17	1,8750	0,021	2,509	16,06	0,046	2,602	1 7,322	0,108	2,645	19,781
18	1,8636	0,395	2,432	318,44	-	-	-	-	-	-
19	1,8543	0,019	2,388	15,25	0,035	2,499	13,586	0,076	2,411	15,514
20	1,8396	0,270	2,413	222,37	-	-	-	-	-	-
21	1,8810	0,231	2,418	185,18	-	-	-	-	-	-
22	1,8410	0,385	2,409	316,98	-	-	-	-	-	-
23	1,8200	0,016	2,562	12,21	0,031	2,259	13,629	0,071	2,433	14,690
24	1,8050	0,400	2,524	320,34	-	-	-	-	-	-
25	1,8030	0,257	2,479	210,00	-	-	-	-	-	-

Korozyon oranları için standart sapma değerleri, oda sıcaklığında 24, 48 ve 96 saat için sırasıyla 102,88; 55,39 ve 23,31 olarak hesaplanmıştır. Standart sapma değerleri 70°C’de 24, 48 ve 96 saat için sırasıyla 111,03; 38,16 ve 7,84’tür.

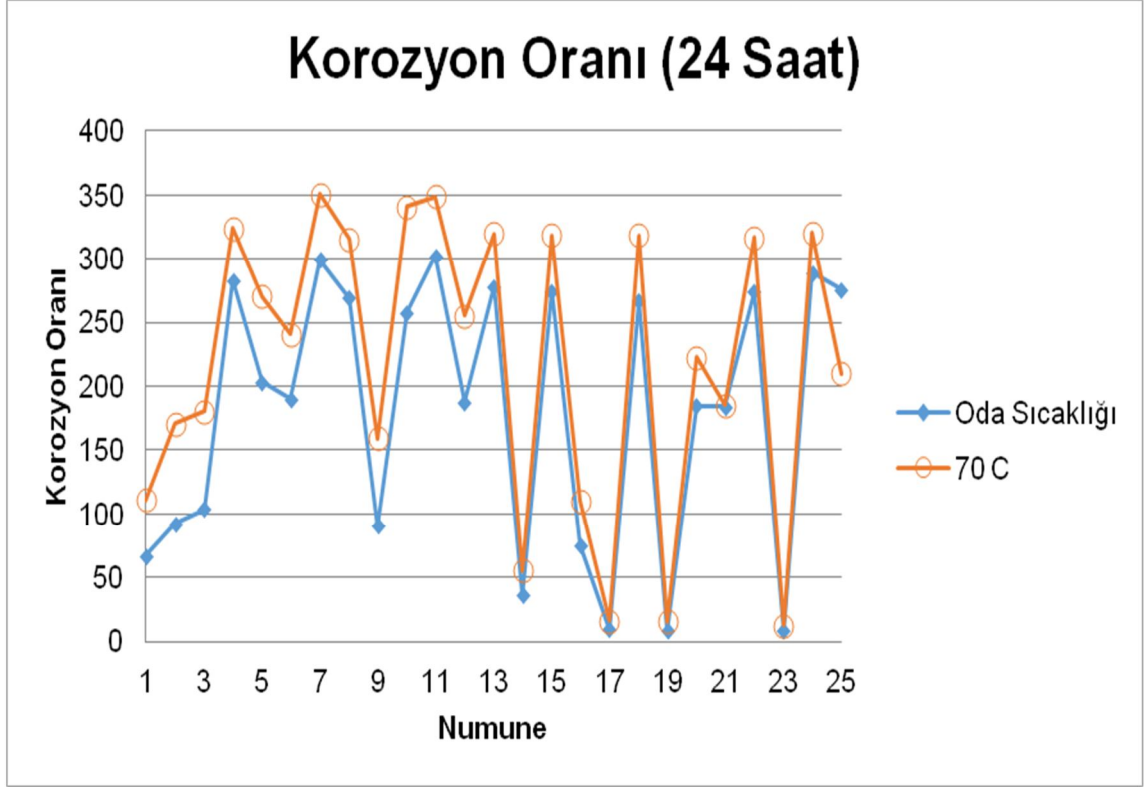
Korozyon oranlarının standart sapma değerlerinde artan sürelerle bağlı olarak azalma olmasının nedeni, korozyon direnci düşük olan numunelerden 24 saatten sonra ölçüm değeri alınabilenlerin azalması ve korozyon direnci yüksek numunelerde ise değişkenliğin daha az olmasıdır. Ayrıca korozyon oranları için hesaplanan standart sapma değerlerinin farklı takviye oranlarına sahip numunelere ait olması nedeniyle yüksek olması normal bir sonuçtur. Oda sıcaklığında 24 saat süreyle gerçekleştirilen test sonrası korozyon oranı değerlerinin takviye oranlarına göre değişimi ise Şekil 3.28’de verilmiştir.



Şekil 3.128 Korozyon oranı değerlerinin oda sıcaklığında 24 saat için takviye oranlarına bağlı olarak değişimi.

Grafikte görüldüğü üzere en düşük korozyon oranları KNT takviyesi bulunmayan numunelerdir. Bunlardan biri 19 numaralı takviyesiz numune iken diğerleri sadece seryum takviyesi bulunan 14, 17 ve 23 numaralı numunelerdir. 14 numaralı numune (%2 Seryum takviyeli) diğerlerine göre daha yüksek korozyon oranına sahiptir. Diğer numunelerden 19 numara takviyesiz ile seryum takviye oranı daha az olan 17 (% 1,29 seryum) ve 23 (% 0,37 seryum) numunelerin korozyon oranları 14 numaralı numuneye oranla daha düşüktür.

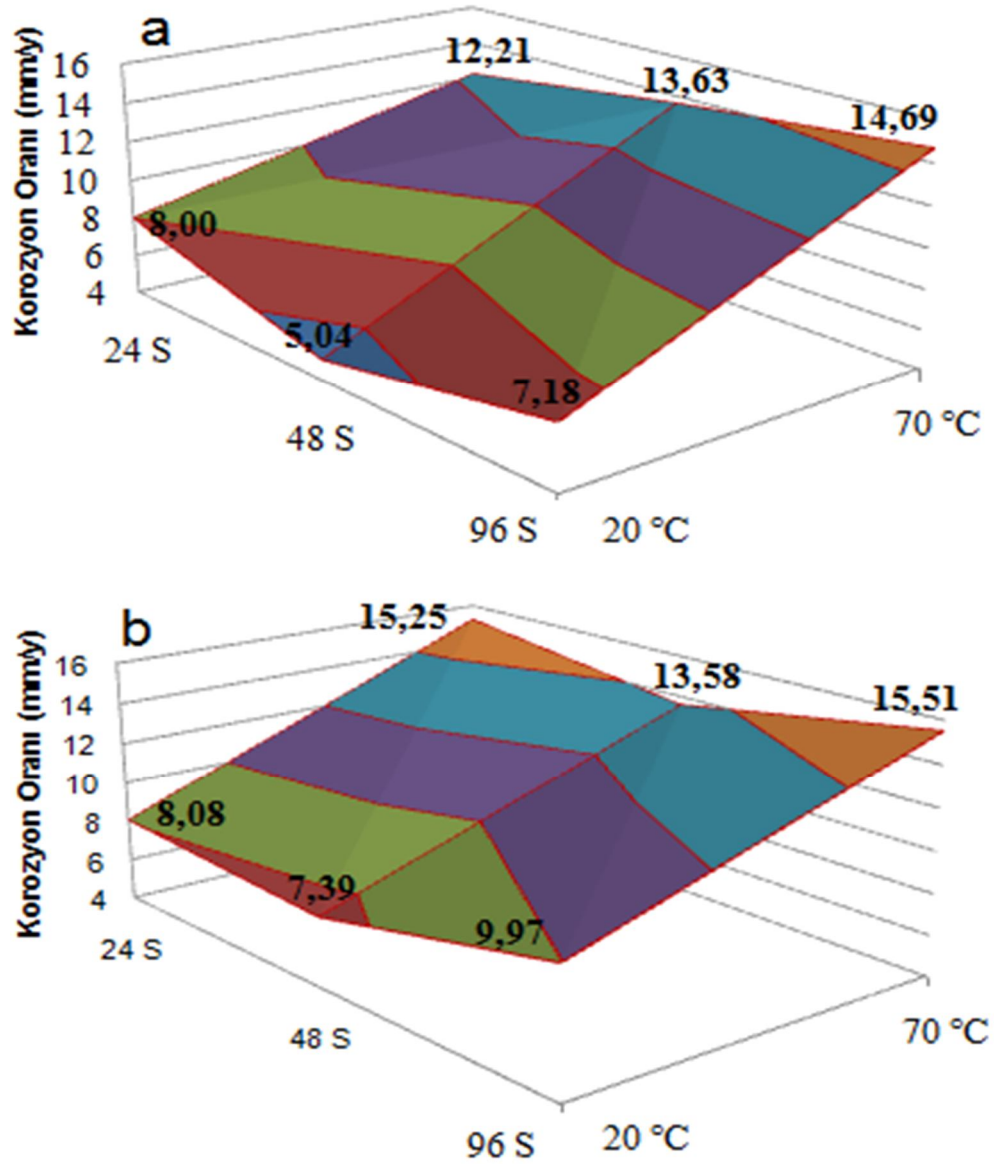
Yüksek sıcaklığın numunelerin korozyon değerlerine etkisinin görülmesi için, numunelerin oda ve 70°C sıcaklıktaki korozyon değerleri Şekil 3.29’da verilmiştir.



Şekil 3.139 Numune korozyon oranlarının oda ve 70°C sıcaklıktaki korozyon değerleri

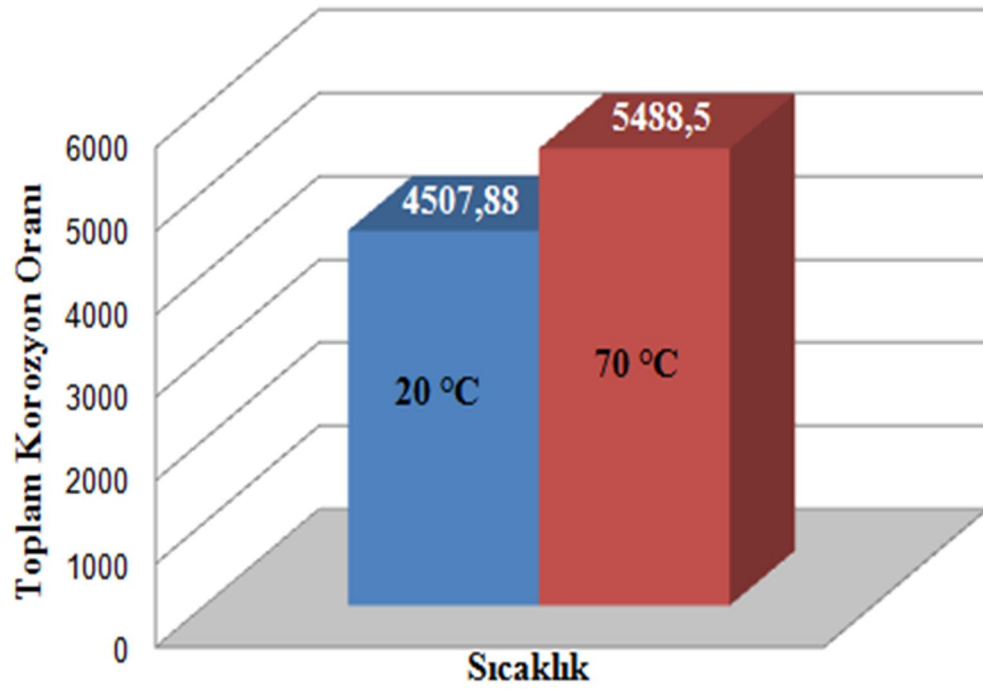
Sıcaklığın artmasıyla beklenildiği üzere korozyon oranları genel olarak artmaktadır. Ancak korozyon oranı en düşük olan numuneler değerlendirildiğinde takviyesiz numune korozyon oranında yaklaşık %89 oranında artış olurken bu oranlar, 14, 17 ve 23 numaralı numuneler için sırasıyla yaklaşık %52, %68 ve %52 olarak gerçekleştiği görülmektedir. Sonuç olarak, seryumun kompozit malzemenin yüksek sıcaklıkta korozyon direncini artırdığı anlaşılmaktadır.

Şekil 3.30’da takviyesiz numune ile genel olarak korozyon direnci en iyi numune olan % 0,4 seryum takviyeli 23 numaralı numunenin sıcaklık ve süre koşullarına göre korozyon oranları görülmektedir.



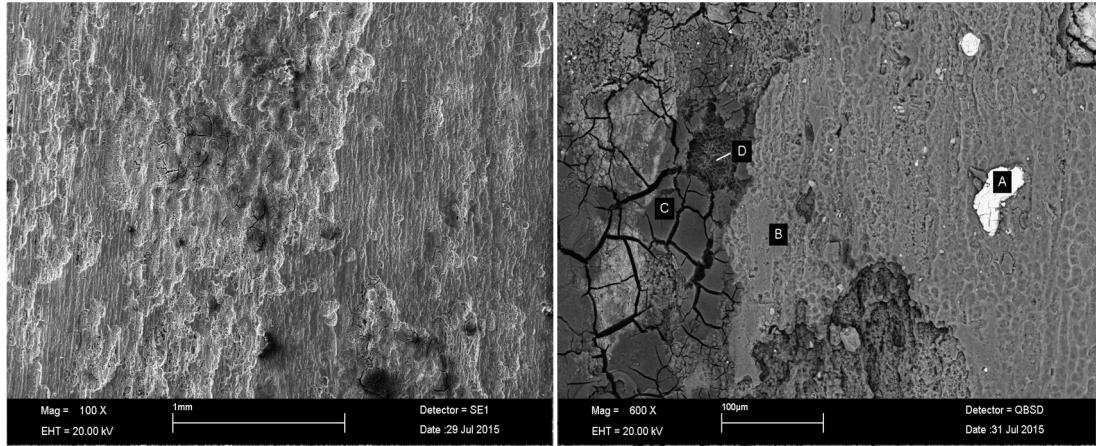
Şekil 3.30 Korozyon oranları a) 23 Numaralı numune
b) 19 Numaralı numune

% 0,37 seryum takviyeli numunenin korozyon oranı genel olarak gerek oda sıcaklığında gerekse 70°C’de takviyesiz numuneye göre düşüktür. 48 saat sonundaki korozyon oranlarının sadece 70°C’de % 0,37 seryum takviyeli numunede arttığı diğerlerinin azaldığı görülmektedir. Ayrıca seryum takviyeli numunenin oda sıcaklığında 48 ve 96 saatteki korozyon oranının 24 saate göre azalmış olması da ilgi çekicidir. Seryum takviyesinin korozyon direncini oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklıklarda genel olarak artırdığı görülmektedir. Şekil 3.31’de genel olarak toplam korozyon direncinin sıcaklık artışına bağlı olarak azaldığı görülmektedir.



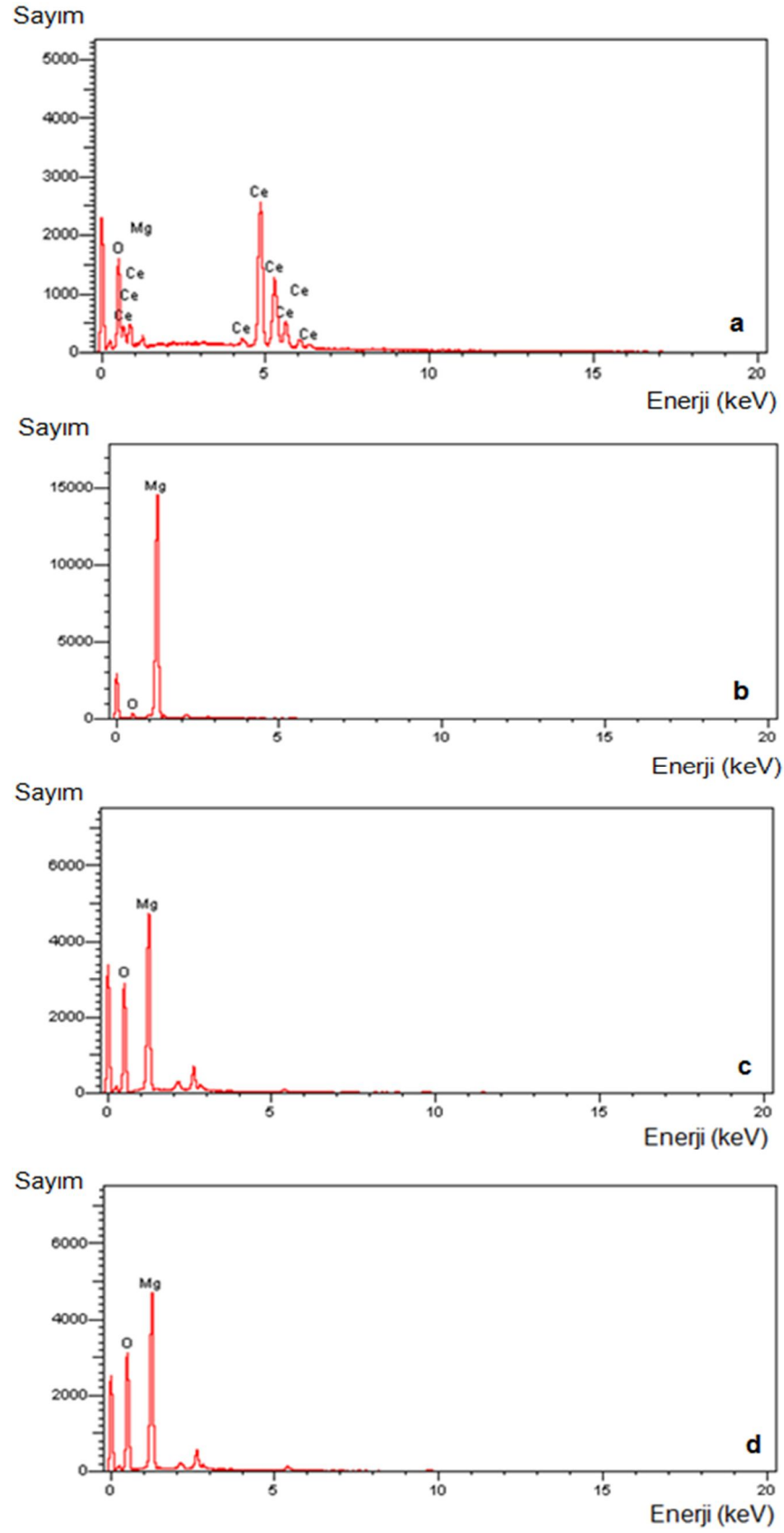
Şekil 3.31 20°C ve 70°C’de toplam korozyon oranları

23 numaralı numunenin oda sıcaklığında 24 saat test sonrası SEM görüntüsü Şekil 3.32’de verilmiştir.



Şekil 3.32 23 numaralı numune korozyon testi (24 saat) sonrası SEM görüntüsü, a)100 X büyütme b) 600 X büyütme (Back scattered).

Şekil 3.32 b)’de verilen noktalarda yapılan EDX analizlerinin sonucu Şekil 3.33’de verilmiştir.



Şekil 3.33 23 numaralı numunenin SEM görüntüsünde belirtilen noktalarının (a, b, c ve d) EDX analizi

EDX analizi sonucunda b, c d noktalarında Magnezyum ve Oksijene ait pikler görülmekte iken, özellikle d noktasında artan oksijen miktarı ile iğneli bir yapı oluştuğu dikkati çekmiştir.

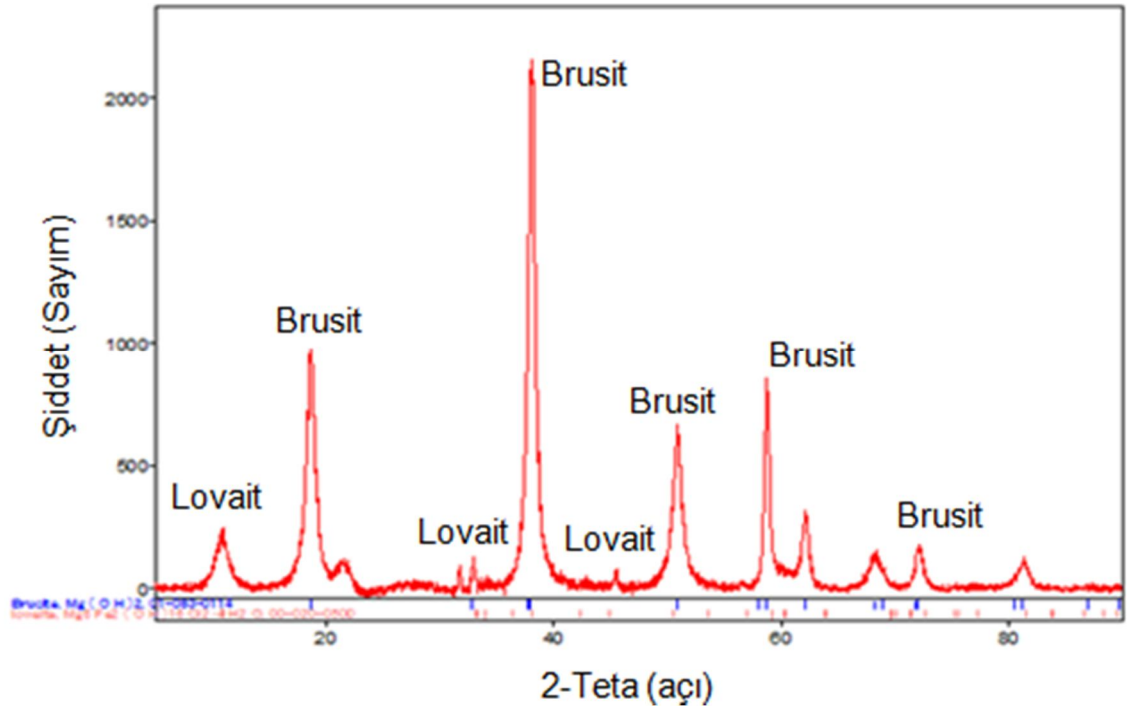
Korozyon oranı yüksek çıkan numunelerden 25 numaralı numunelerin korozyon testi sonrası yüzey görüntüsü Şekil 3.34’de verilmiştir.



Şekil 3.144 25 numaralı numunenin korozyon testi sonrası yüzey görüntüsü.

ASTM G31 standardında [61] korozyon oranı hesaplamalarının genel korozyonun gerçekleştiği varsayımına dayandığı lokal korozyonların ayrıca değerlendirilmesi gerektiğini belirtmektedir. Numune görüntüleri incelendiğinde korozyon direnci düşük çıkan numunelerde, korozyonun homojen korozyona ilave olarak çukurlaşma (pitting) korozyonu da oluştuğu ve bununda korozyon direncini düşürdüğü değerlendirilmektedir.

Korozyon direnci düşük olan 25 numaralı numunede oluşan korozyon ürünlerine yapılan XRD analizi sonucu Şekil 3.35’de verilmiştir.



Şekil 3.155 25 numaralı numune XRD Analizi

25 numaralı numune korozyon testi sonrasında oluşan korozyon atıklarında yapılan XRD analizi sonucu yüksek bir brusit ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) ve çok az miktarda lovait ($\text{Mg}_6\text{Fe}_2(\text{OH})_{16}\text{Cl}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) pikleri elde edilmiştir. Brusitin tuzlu su ile reaksiyonunun lovait oluşumuna neden olabileceği tespit edilmiştir [66].

Kompozitlerin toz metalurjisiyle üretilmesi nedeniyle korozif ortamın kompozitlerdeki gözeneklere girerek reaksiyon alanını artırdığı ve buna bağlı olarak da korozyon oranlarında artış meydana geldiği değerlendirilmektedir. Bu reaksiyonlardaki artışla XRD analizinde ana ürün olarak tespit edilen brusit oluşum reaksiyonu aşağıda verilmiştir [67].



Daha önce incelenen gözeneklilik değerlerine bakıldığında 17, 19 ve 23 numaralı numunelerin gözeneklilik değerlerinin düşük olduğu görülmektedir. Sonuç olarak, gözenekliliği düşük olan malzemelerin korozyon direncinin daha yüksek olduğu da görülmektedir. Benzer şekilde gözenekliliği yüksek KNT takviyesi bulunan kompozitlerde de korozyon direncinin düştüğü görülmektedir.

Kompozit numunelerin takviye oranlarının numunelerin korozyon oranı değerlerine etkisi Design expert 8.0.7.1 yazılımı kullanılarak geliştirilen tahmin modeli ile

incelenmiştir. Numunelerin 48 saat oda sıcaklığındaki korozyon oranları için model geliştirilirken tüm etkileşimleri kapsamı bakımından en üst model olan kuartik olarak seçilmiş ve yetersiz terimlerin elenmesi sonucu aşağıda verilen indirgenmiş özel kuartik bir model elde edilmiştir. Model için ANOVA varyans analizi tablosu Tablo 3.12’de verilmiştir.

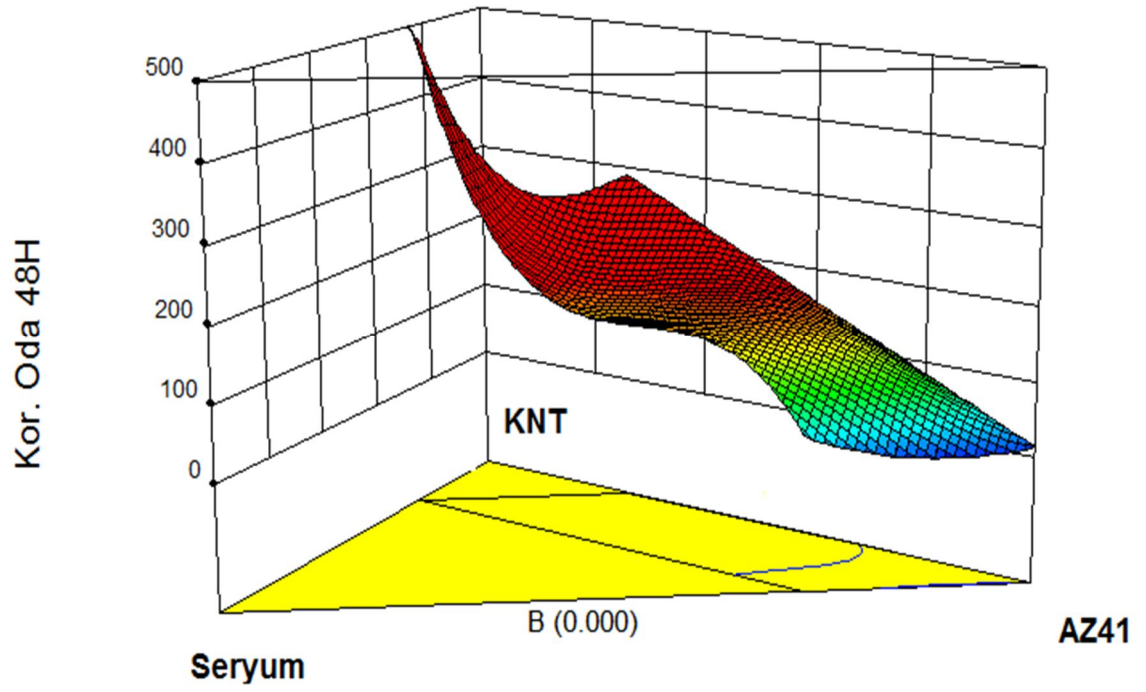
$$\text{Korozyon Oranı (oda-48 saat)} = +14.74 * \text{AZ41} + 403.34 * \text{KNT} + 809.56 * \text{Seryum} - 1011,30 * \text{AZ41} * \text{Seryum} + 7680.89 * \text{AZ41}^2 * \text{KNT} * \text{Seryum} - 10126.55 \text{AZ41} * \text{KNT}^2 * \text{Seryum} - 10018.68 \text{AZ41} * \text{KNT} * \text{Seryum}^2$$

Tablo 3.12 Korozyon oranları (48 saat) için varyans analizi tablosu

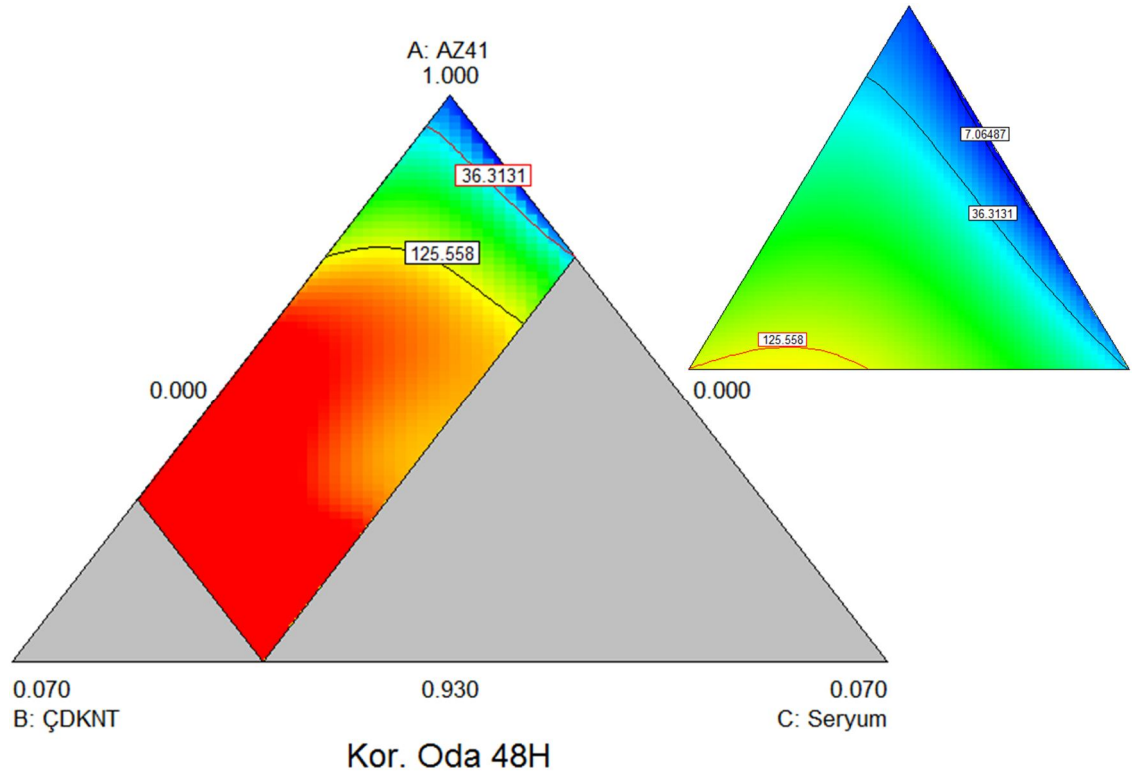
	Kareler Toplamı	df	Ort. Kare	F Değeri	p-değeri
					Olas. > F
Model	51472,93	6	8578,82	113,35	<0,0001
Lineer Karışım	44516,62	2	22258,31	294,10	<0,0001
AZ41* Seryum	307,39	1	307,39	4,06	0,0786
AZ41 ² *KNT*Seryum	3207,79	1	3207,79	42,38	0,0002
AZ41*KNT ² *Seryum	2826,39	1	2826,39	37,34	0,0003
AZ41*KNT*Seryum ²	359,78	1	359,78	4,75	0,0608
Residual	605,47	8	75,68		
Uygunsuzluk	402,65	5	80,53	1,19	0,4723
Saf hata	202,82	3	67,61		
Cor toplam	52078,41	14			

Analizde model terimleri için p değerlerinin 0,05 den küçük yani geçerli olduğu görülmektedir. Model uygunsuzluğu için p değeri ise 0,05 den büyük (0,4723) olduğundan model uygunsuzluğu önemsizdir. Yani geliştirilen modelin uygun olduğu anlaşılmaktadır.

Elde edilen model kullanılarak oda sıcaklığında, 48 saat süreyle test edilen numunelerin korozyon oranları, 3 boyutlu yüzey olarak Şekil 3.36’da verilmiştir. Korozyon oranının KNT takviye oranı artışı ile birlikte artmakta olduğu görülmektedir. Özellikle % 3 takviye oranından sonra, seryum takviye oranının % 2 olduğu numunelerde korozyon direncinde keskin bir düşüş olduğu görülmektedir. Korozyon oranı en düşük olan numuneler KNT takviyesi olmayan numuneler olup, özellikle seryum takviye oranının % 0,5 ile % 1 arasında olduğu KNT’siz kompozitlerin korozyon direnci en yüksektir (Şekil 3.37). Bu aralık dışındaki seryum takviye oranlarında korozyon direnci düşmektedir.



Şekil 3.166 Korozyon oranı için 3 boyutlu yüzey görüntüsü.



Şekil 3.177 Korozyon oranı için kontur görüntüsü

3.3. Karışım Tasarımı Yöntemiyle Sonuçların Optimizasyonu

İncelenen kompozit malzeme özelliklerinin tamamı için takviye elemanlarının ürün özelliklerine olan etkisi karışım tasarımı yöntemiyle incelenerek en iyi özelliklere sahip kompozit malzeme için takviye oranları optimize edilmiştir.

Birçok özelliği aynı anda dikkate alarak özellikleri en iyileştirilmiş malzemenin belirlenmesi, özellik sayısının artması, takviye elemanı adedi ve takviye elemanlarının her bir özelliğe doğrusal olmayan etkilerinin bulunması gibi nedenlerle oldukça zordur. Bu çalışmada, geliştirilen kompozitlerin incelenen özelliklerin sayısı fazla olmakla birlikte takviye elemanlarının ürün özelliklerine etkilerinin kompleksliği daha önce tartışılmıştı. Bu tür durumlarda, ürün özelliklerinin tamamını dikkate alarak bu özelliklerin istenen en iyi değerlerine aynı anda sahip olan malzemelerin geliştirilmesinde istenirlik (desirability) değeri oldukça kullanışlıdır.

Bu yaklaşımda her bir özellik için istenirlik değeri (d) hesaplanır. İstenirlik değeri “0” ile “1” arasında değişmekte olup, tüm özellikler için hesaplanan istenirlik değerleri için ortak bir istenirlik değeri (D) aşağıda verilen eşitlikle hesaplanarak en yüksek D değerine sahip malzemeyi elde etme imkanı bulunur [68].

$$D = (d_1 \times d_2 \times \dots \times d_n)^{1/n} \quad (3.5)$$

Her bir özellik için d değeri hesaplanırken eğer değerin yüksek olması isteniyorsa,

$$d_i = \begin{cases} 0 & y < L \\ \left(\frac{y-L}{T-L} \right)^r & L \leq y \leq T \\ 1 & y > T \end{cases} \quad (3.6)$$

Eşitliği kullanılırken düşük olması isteniyorsa aşağıdaki eşitlik kullanılır.

$$d_i = \begin{cases} 1 & y < T \\ \left(\frac{U-y}{U-T} \right)^r & T \leq y \leq U \\ 0 & y > U \end{cases} \quad (3.7)$$

y: İstenen özellik değeri

T: Hedef

L: Alt limit

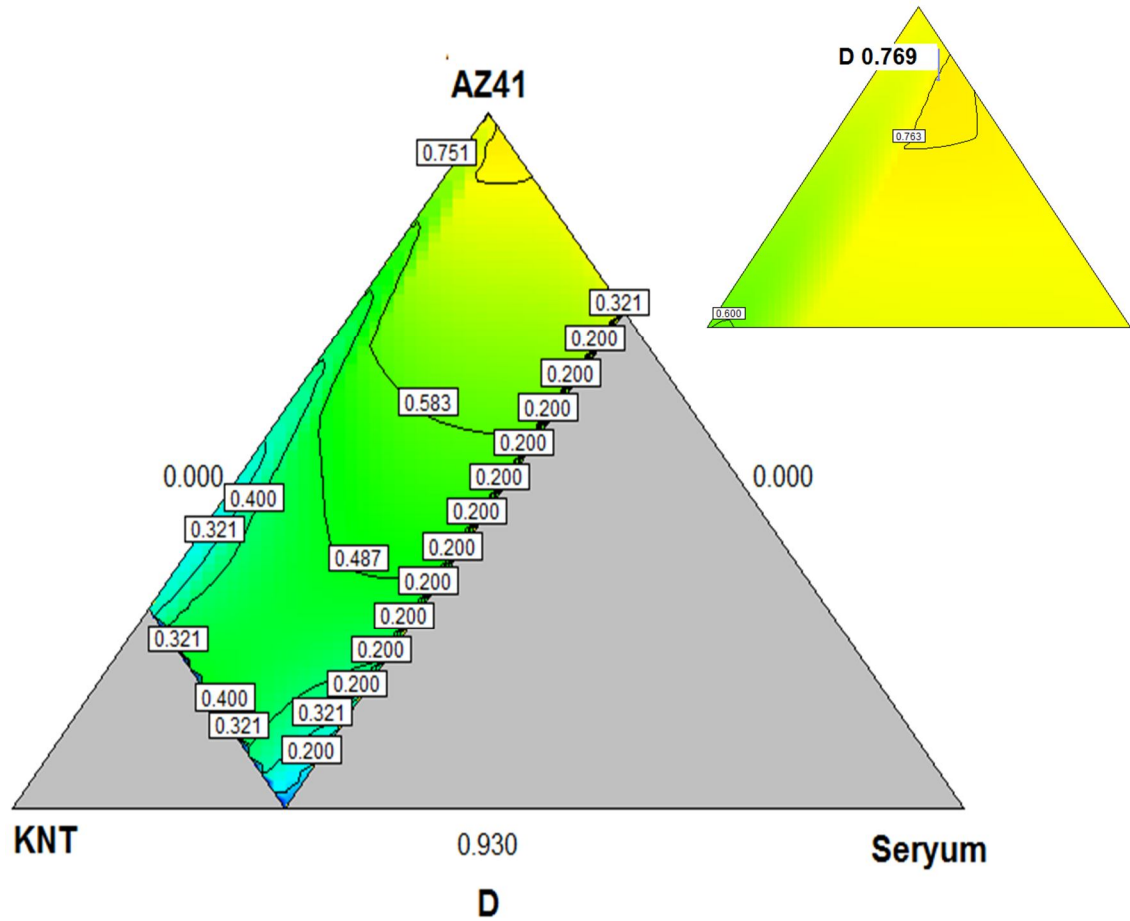
U: Üst Limit

Design Expert 8.0.7.1. yazılımı kullanılarak, tüm özellikler için istenirlik değeri yukarıda detayı verilen yöntemle göre hesaplanmıştır. İstenirlik değeri en yüksek olan kompozit malzeme ($D=0,769$) için takviye oranları ve özelliklerin aldığı değerler Tablo 3.13.'de verilmiştir.

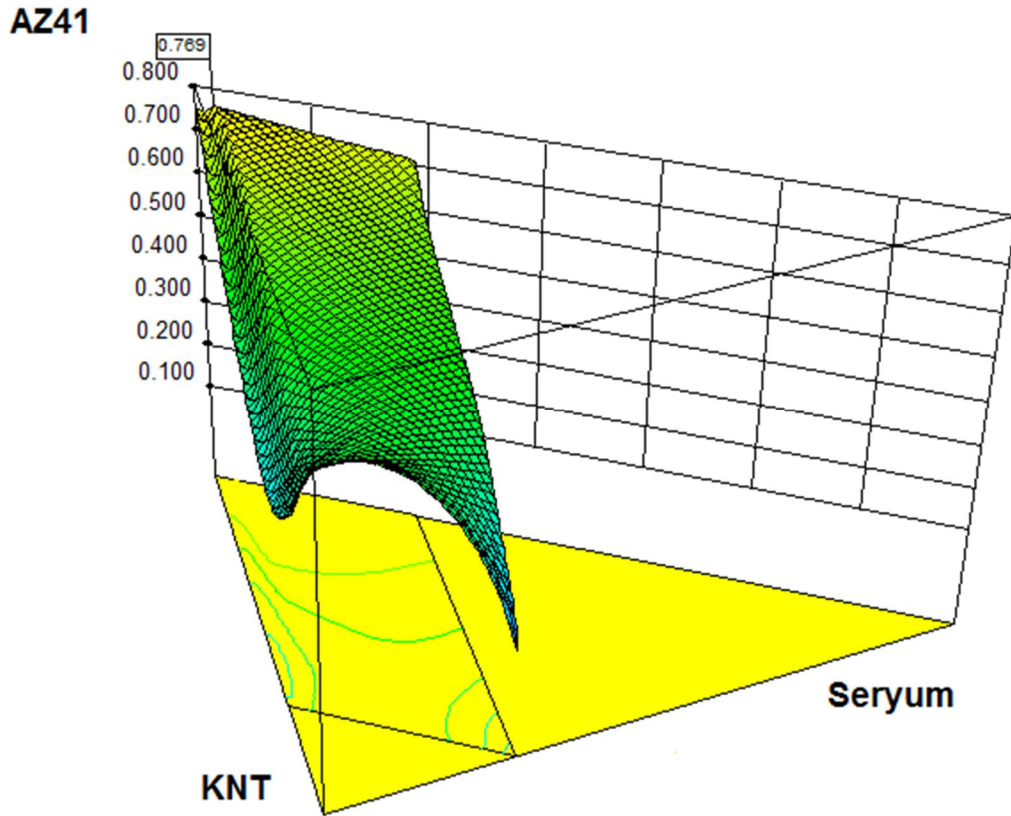
Tablo 3.13. Kompozit Takviye Oranları ve Özellikleri

<u>% AZ41</u>	<u>% KNT</u>	<u>% Seryum</u>	<u>D</u>	<u>M.Ger.</u> (MPa)	<u>% Kop.Uz.</u>	<u>Sertlik</u> (HV1)	<u>Enerji (J)</u>	<u>Kor.Oda</u> 24 S (mm/y)
0,99833	0,00066	0,001	0,769	238,316	4,01741	84,7028	0,121602	8,00589

İstenirlik değerinin takviye oranlarına göre değişimi Şekil 3.38'de verilen istenirlik değeri kontur grafiği ve Şekil 3.39'de verilen istenirlik değeri 3 boyutlu yüzey grafiklerinde görülmektedir.



Şekil 3.38 İstenirlik değeri kontur grafiği ve detay görüntü



Şekil 3.39 İstenirlik değeri 3 boyutlu yüzey grafiği

İncelenen özelliklerin tamamı için istenirlik değerine göre en iyi kompozit malzemeye % 0,1 seryum ve yaklaşık % 0,066 KNT takviye oranlarında ulaşılmaktadır. Genel olarak en kötü özelliklere sahip kompozitin KNT takviye oranının yüksek ve aynı zamanda seryum takviyesi bulunmayan veya yüksek oranda bulunan kompozitler olduğu görülmektedir.

4. BÖLÜM

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

4.1. Giriş

Magnezyum düşük yoğunluğa sahip olması nedeniyle hafif metal malzeme gerektiren uygulama alanlarında tercih edilmektedir. Artan rekabet koşulları ve yasal/çevresel zorunluluklar nedeniyle daha çok uygulama alanı bulma potansiyeline de sahiptir. Ancak hekzagonal sıkı paket kristal yapısı nedeniyle gevrek olması, düşük korozyon direnci gibi birtakım özellikleri kullanım alanlarını kısıtlamaktadır. Bu bakımından magnezyum ve alaşımlarının mekanik ve kimyasal özelliklerinin geliştirilmesi gerekmektedir.

Bu çalışmada kompozit malzeme üretimi için takviye elemanı olarak, nano boyutu ve sıra dışı özellikleri ile son yıllarda oldukça dikkat çeken ve malzeme geliştirme çalışmalarında tercih edilen karbon nanotüp ile ikinci bir takviye elemanı olarak metallerin korozyon özelliğini artırmaya yönelik çalışmalarda tercih edilen seryum kullanılmıştır. Takviye elemanlarının kompozit malzemeye pozitif katkı sağlaması, malzemelerin karıştırılma oranları ve homojen karışıma bağlıdır. Takviye elemanlarının oranının belirlenmesinde deneme yanılma yöntemi yerine deneysel tasarım yöntemlerinden biri olan karışım tasarımı kullanılmıştır. Literatüre dayalı olarak bahsedildiği üzere karışım tasarımında, karışımda kullanılan malzemelerin toplam oranı 1'e eşittir. Bu esasa göre takviye elemanları bağımlı değişkenlerdir ve dolayısıyla birinin oranındaki değişim diğerini de etkileyecektir. Kullanılan yazılım vasıtasıyla karışım tasarımı yapılarak üretilecek numune miktarları ve her bir numune için karışım oranları belirlenmiştir. Belirlenen numuneler üretilerek gerekli testler gerçekleştirilmiş ve test sonuçları kullanılarak malzeme özelliklerinin tahmini için modeller

geliştirilmiştir. Bu modeller kullanılarak takviye malzemelerinin kompozit malzeme özelliklerine etkileri bu çalışmada araştırılan her bir özellik için ortaya konmuştur.

Bu amaçla numunelerin mikroyapı, sertlik, yoğunluk, çekme mukavemeti, uzama, enerji sönümlenme ve korozyon özellikleri incelenmiştir. Bu özelliklerin belirlenmesine yönelik yapılan test ve analizler ile elde edilen bulgular ilgili bölümlerde detaylı olarak paylaşılmıştır.

4.2. Sonuçlar

AZ41 magnezyum matrisli ve özellikleri daha önce belirtilen KNT ve seryum takviyeli kompozit malzemeler için bu çalışmadan elde edilen çarpıcı sonuç ve çıkarımlar her bir malzeme özelliği için aşağıdaki gibi özetlenebilir.

1. Gerek KNT ve gerekse seryum takviyeli numunelerin maksimum çekme gerilmesi takviyesiz numune maksimum çekme gerilmesi değerine (252.959 MPa) göre azalış göstermektedir. Bu çalışmada kullanılan takviye malzemelerinin uygulanan oranlarının kompozit malzemenin maksimum çekme gerilmesi değerini olumsuz etkilediği deneysel olarak üretilen numune kompozitlerin tamamında tespit edilmiştir. Özellikle seryum oranındaki artışın maksimum gerilme değerinin azalmasına neden olduğu belirlenmiştir. KNT takviye oranının yaklaşık % 2'nin üzerinde olduğu, seryum takviyesiz kompozitlerde, maksimum çekme gerilmesi değerinin azaldığı görülmektedir. Seryum ve KNT takviye oranlarının en fazla olduğu kompozitlerde maksimum çekme gerilmesi değeri en düşük seviyeye gerilemektedir.

2. Kopma uzaması takviyesiz numune değerine göre (% 3.8889) daha yüksektir. Takviye malzemesi olarak sadece seryumun kullanılması kopma uzaması değerini artırmaktadır. Seryumun olumlu etkisi seryum takviyesinin en yüksek olduğu (%2) ve KNT takviyesinin olmadığı numunede deneysel olarak tespit edilmiştir. Bununla birlikte geliştirilen tahmin modeli kullanılarak elde edilen 3 boyutlu yüzey grafiklerinden, bu etkinin doğrusal olmadığı, hatta yaklaşık % 1.2 – 1.6 aralığında belirgin şekilde azalmasına neden olduğu anlaşılmıştır. Maksimum çekme gerilmesinde olduğu gibi seryum ve KNT takviye oranlarının en fazla olduğu kompozitlerde uzama bakımından en düşük değere ulaşmaktadır.

3. Takviyeli malzemelerin sertlik değeri takviyesiz malzemeye göre azalmaktadır. Sertlik değerindeki azalma, KNT oranındaki artışla, seryum oranındaki artışa göre daha hızlıdır. KNT takviye oranı yaklaşık % 2 değerine ulaştıktan sonra sertlik değerinde belirgin bir azalma olduğu görülmektedir.

4. Kompozitin enerji sönümleme değerinin genel olarak KNT takviye oranının artmasına paralel olarak arttığı ve en yüksek değerine en yüksek KNT takviye yüzdesinde (% 5) ulaştığı görülmektedir. Bu noktada Seryum takviye oranının % 0.4 civarında olduğu ve seryum takviyesinin bu oranlarda olumlu katkı sağladığı tespit edilmiştir.

5. Bu çalışmada oda sıcaklığı ve 70°C’de 24, 48 ve 96 saat süreyle test edilen kompozitlerin korozyon dirençlerinin, sıcaklık artışına bağlı olarak, kimyasal reaksiyonlarda artış olması sebebiyle, azaldığı görülmektedir. Benzer şekilde genel olarak süre ile korozyon oranında artış olmakla birlikte sıcaklığa göre daha az etkilidir.

Elde edilen sonuçların literatür sonuçlarıyla farklılık arz etmesi olağandır. Çünkü, bu çalışmada kullanılan numune üretim yöntemi, karışım malzemelerinin cinsi ve oranları ile test ve ölçüm şartlarının, literatürdekilerden büyük oranda farklılıklar arz etmesi sonuçların makul bir şekilde kıyaslanmasına imkan vermemektedir.

Gerek sıcaklık gerekse süreye bağlı olarak numunelerin korozyon direncindeki değişimin takviye oranları ile olan ilişkisi oldukça benzerdir. KNT takviye oranındaki artışa paralel olarak kompozit numunelerin korozyon direnci de azalmaktadır. Seryumun ise belirli oranlar arasında korozyon direncini artırdığı (% 0,5 - % 1 arası) sonrasında azalmasına neden olduğu görülmektedir. KNT ve seryum takviye oranının en yüksek olduğu oranlarda kompozit korozyon direnci en düşüktür.

Genel olarak KNT takviyesinin kompozit malzemelerin maksimum gerilme, % kopma uzaması, sertlik ve korozyon direncinin azalmasına neden olduğu belirlenmiştir. Bu azalmanın, mikroyapı incelemelerinde tespit edildiği üzere, KNT ve matris malzemesi arasındaki bağlanmanın zayıf olması nedeniyle gerçekleştiği tespit edilmiştir. Ayrıca XRD analizinde tespit edilen kalsit vb. bileşiklerin de gevrek yapılarıyla bu özelliklerdeki azalmaya sebep olduğu değerlendirilmektedir. Bununla birlikte KNT

takviyesinin enerji sönümlleme özelliğine önemli oranda katkı ve artış sağladığı görülmüştür. Seryum takviyesinin belirli oranlarda olması durumunda kompozit malzemelerin kopma uzaması ve korozyon direnci özelliklerinde iyileştirme sağladığı, maksimum çekme gerilmesi ve sertlik özelliklerinde ise iyileşme sağlamadığı tespit edilmiştir.

Bu çalışmada üretilen, denen ve optimize edilen AZ41 magnezyum alaşımı esaslı, KNT ve seryum takviyeli kompozit malzemenin kullanım alanı dikkate alınarak şu genel sonuçlara ulaşılmıştır.

1. Enerji sönümlleme özelliğine ihtiyaç duyulan, aşırı yüklere maruz kalmayan ve koroziif olmayan ortamlarda KNT takviyeli AZ41 alaşımı matrisli kompozitlerin kullanılabileceği, % 0,4 oranında seryum takviyesinin enerji sönümlleme özelliğine ilave katkıda bulunacağı,
2. Koroziif ortamda kullanılacak AZ41 alaşımı matrisli kompozitlerin % 0,5 – 1 oranlarında seryum ile takviye edilerek kullanılabileceği,
3. Kırılğanlık özelliğinin azaltılmasına ihtiyaç bulunması durumunda seryum için çalışma kapsamında belirlenen en yüksek takviye olan % 2 oranında takviye edilmiş kompozitlerin kullanılabileceği sonucuna ulaşılmıştır.

4.3. Öneriler

Yapılan çalışmada, karışım tasarımı kullanılarak deneysel çalışmalarda üretilecek numunelerin takviye oranları belirlenmiş, üretilen numunelerin ilgilenilen özellikleri ölçüldükten sonra tahmin modelleri geliştirilmiştir. Tahmin modelleri kullanılarak, belirlenen takviye oranı aralığında takviye malzemelerinin ürün özelliklerine olan etkileri bilimsel olarak değerlendirilebilmiştir. Özellikle, takviye malzeme sayısının artması ve birbirleri arasında kompleks sinerjik ve antagonistik etkileşimlerin bulunması durumunda, takviye malzemelerinin ürün özelliklerine etkilerinin, takviye oranlarının tüm değerleri için sürekli olarak değerlendirilmesine imkan sağladığından, malzeme geliştirme çalışmalarında takviye malzemelerinin oranlarının belirlenmesinde kullanılması faydalı olacaktır.

Kompozit malzemelerin üretiminde toz metalurjisi yöntemi kullanılması nedeniyle kompozitlerin gözenekli bir yapıya sahip olmasının özellikle korozyon özelliğini olumsuz yönde etkilediği değerlendirilmektedir. Sonraki çalışmalarda döküm gibi farklı üretim yöntemleriyle KNT ve seryum takviyeli magnezyum alaşımlı kompozitler üretilebilir. Ayrıca, bu çalışmada kullanılan AZ41 alaşımı talaş şeklinde ve ortalama 266 μm boyutlarında iken Seryum $<44 \mu\text{m}$, KNT ise nano çap ve 1-10 μm uzunluğunda olduğundan tane boyutları ve şekli birbirlerinden oldukça farklıdır. İleride toz metalurjisiyle üretilecek kompozitlerde matris ve takviye elemanlarının tane boyut ve yapılarının birbirine yakın olmasının, karışımın homojenliğine ve matris ile takviye elemanları arasında bağlanma özelliğine olumlu katkı sağlayacağı ve üretilecek kompozitin özelliklerinin daha da iyileşebileceği değerlendirilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Ronneberg, D., 2010. U.S. Department of Energy, vehicle technologies program, materials technologies: goals, strategies, and top accomplishments. (Web sayfası: https://www1.eere.energy.gov/vehiclesandfuels/pdfs/pir/vtp_goals-strategies-accomp.pdf), (Erişim tarihi: 15 Aralık 2015)
2. USAMP, 2006. Magnesium Vision 2020: A North American Automotive Strategic Vision for Magnesium (Web sayfası: http://iweb.tms.org/Communities/FTAttachments/MG_2020_-_Released_11_1_%5B1%5D.1.06.pdf), (Erişim tarihi: 15 Aralık 2015).
3. U.S. Department of Energy, 2010. Vehicle Technologies program, Lightweighting Material 2010. Annual Progress Report. (Web sayfası: http://www1.eere.energy.gov/vehiclesandfuels/pdfs/program/2010_lightweighting_materials.pdf), (Erişim tarihi: 15 Aralık 2015)
4. Rawal, S.P., 2001. Metal-matrix composites for space applications. **The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society**, 53(4): 14-17.
5. Hellard, G., 2008. Composites in airbus. (Web sayfası: http://www.airbusgroup.com/dam/assets/airbusgroup/int/en/investor-relations/documents/2008/presentations/GIF2008/gif2008_workshop_compositeshellard.pdf), (Erişim tarihi: 14 Eylül 2015).
6. Baker, A., Dutton, S., Kelly, D., 2004. Composite materials for aircraft structures. American Institute of Aeronautics and Astronautics, Reston, 599 pp.
7. Shimizu, Y., 2011. High strength magnesium matrix composites reinforced with carbon nanotube, pp. 491-500. *In: Magnesium Alloys – Design, Processing and Properties* (Ed. Frank Czerwinski). InTech.
8. Criscuolo, L., 2010. Zyvex technologies reveals the piranha unmanned surface vessel zyvex Technologies. (Web sayfası <http://www.zyvextech.com/news/?category=2010>.), (Erişim tarihi: 14 Eylül 2015).

9. Harutyunyan, A., 2009. Honda nano technology has promise for new class of electronics breakthrough research to appear in october. (Web sayfası: <http://world.honda.com/news/2009/c091001Nano-Technology/>), (Erişim tarihi: 14 Eylül 2015).
10. Prather, J.L., 2012. NASA commitment to nanotechnology, NASA. (Web sayfası: <http://mmptdpublic.jsc.nasa.gov/jscnano>), (Erişim tarihi: 14 Eylül 2015).
11. Bakshi, S. R., Lahiri, D., Agarwal, A., 2010. Carbon nanotube reinforced metal matrix composites a Review, **International Materials Review**, 55 (1): 41-64.
12. Huang, Z. G., Guo, Z. P., Calka, A., Wexler, D., Liu, H. K., 2007. Effects of carbon black, graphite and carbon nanotube additives on hydrogen storage properties of magnesium, **Journal of alloys and compounds**, 427 (1): 94-100.
13. Li, Q., Viereckl, A., Rottmair, C. A., Singer, R. F., 2009. Improved processing of carbon nanotube/magnesium alloy composites. **Composites Science and Technology**, 69 (7): 1193-1199.
14. Srivatsan, T. S., Godbole, C., Paramsothy, M., Gupta, M., 2012. Influence of nano-sized carbon nanotube reinforcements on tensile deformation, cyclic fatigue, and final fracture behavior of a magnesium alloy. **Journal of Materials Science**, 47 (8): 3621-3638.
15. Park, Y., Cho, K., Park, I., Park, Y., 2011. Fabrication and mechanical properties of magnesium matrix composite reinforced with Si coated carbon nanotubes. **Procedia Engineering**, 10: 1446-1450.
16. Goh, C. S., Wei, J., Lee L.C., Gupta, M., 2008. Development of novel carbon nanotubes reinforced magnesium nanocomposites using powder metallurgy technique, **SIMTech Technical Reports**, 9 (3): 130-135.
17. Endo, M., Hayashi, T., Itoh, I., Kim Y.A., Shimamoto, D., Muramatsu, H., Shimizu, Y., Morimoto, S., Terrones, M., Linou, S., Koide, S., 2008. An anticorrosive magnesium/carbon nanotube composite, **Applied Physics Letters**, 92 (6): 063105.

18. Dieringa, H., 2011. Magnesium Award 2011: scientist honored for new high performance alloy Helmholtz-Zentrum Geesthacht. (Web sayfası: http://www.hzg.de/public_relations_media/news/045860/index.php.en), (Erişim tarihi: 14 Eylül 2015).
19. Zeng, X., Ding, W., Wu, Y., Peng, L., Luo, A., 2010. Precipitation strengthening in magnesium alloys containing rare earth elements, Magnesium Technology 2010, TMS2010-139th Annual Meeting and Exhibition Collected Proceeding, February 14-18, Seattle.
20. Bingfeng, Z., Hong, Y., 2010. Application of yttrium in AZ61 magnesium alloy and the semi-solid AZ61 alloy, Mechanic Automation and Control Engineering (*MACE*) International Conference, June 26-28, Wuhan, pp.5733-5736.
21. Agarwal, A., Bakshi, S.R., Lahiri, D., 2011. Carbon nanotubes reinforced metal matrix composites, 1st Edition. Taylor&Francis, Boca Raton, Florida, 325 pp.
22. Esawi, A., Morsi, K., 2007. Dispersion of carbon nanotubes (CNTs) in aluminum powder, **Composites: Part A**, **38** (2): 646-650.
23. Liao, J., Tan, M.J., 2011. Mixing of carbon nanotubes (CNTs) and aluminum powder for powder metallurgy use, **Powder Technology**, **208** (1): 42-48.
24. Shimizu, Y., Miki, S., Soga, T., Itoh, I., Todoroki, H., Hosono, T., Morimoto, S., 2008. Multi-walled carbon nanotube-reinforced magnesium alloy composites. **Scripta Materialia**, **58** (4): 267-270.
25. Schaller, R., Mari, D., Santos, S.M., Tkalec, I., Morelli, E.C., 2009. Investigation of hydrogen storage in carbon nanotube–magnesium matrix composites, **Material Science and Engineering A**, 521-522: 147-150.
26. Shingal, S.K., Lal, M., Sharma, I., Mathur, R.B., 2012. Fabrication of copper matrix composites reinforced with carbon nanotubes using a combination of molecular-level-mixing and high energy ball milling, **Journal of composite Materials**, **47** (5): 613-621.
27. Huang, Y.Y., Terentjev, E.M., 2012. Dispersion of carbon nanotubes: mixing, sonication, stabilization, and composite properties, **Polymers**, **4** (1): 275-295.

28. Liu, S.Y., Gao, F.P., Zhang, Q.Y., Zhu, X., Li, W.Z., 2010. Fabrication of carbon nanotubes reinforced AZ91D composites by ultrasonic processing, **Trans. Nonferrous Met. Soc. China**, **20** (7): 1222-1227.
29. Munkhbayar, M., Nine, M.J., Jeoun, J., Erdene, M.B., Chung, H., Jeong, H., 2013. Influence of dry and wet ball milling on dispersion characteristics of the multi-walled carbon nanotubes in aqueous solution with and without surfactant, **Powder Technology**, **234**: 132-140.
30. Rastogi, R., Kaushal, R., Tripathi, S.K., Sharma, A.L., Kaur, I., Bharadwaj, L.M., 2008. Comparative study of carbon nanotube dispersion using surfactants, **Journal of Colloid and Interface Science**, **328** (2): 421-428.
31. Vaisman, L., Wagner, H.D., Marom, G., 2006. The role of surfactants in dispersion of carbon nanotubes, **Advances in Colloid and Interface Science**, **128-130**: 37-46.
32. Vilcakova, J., Moucka, R., Svoboda, P., Ilcikova, M., Kazantseva, N., Hribova, M., Micusik, M., Omastova, M., 2012. Effect of surfactants and manufacturing methods on the electrical and thermal conductivity of carbon nanotube/silicone composites, **Molecules**, **17** (11): 13157-13174.
33. Kun, Y., Li, Y.Z., Feng, J.Q., Liang, Y.R., Wei, J., Hui, L.D., 2013. Sonication-assisted dispersion of carbon nanotubes in aqueous solutions of the anionic surfactant SDBS: The role of sonication energy, **Chinese Science Bulletin**, **58** (17): 2082-2090.
34. Yu, J., Grossiord, N., Koning, C.E., Loos, J., 2007. Controlling the dispersion of multi-wall carbon nanotubes in aqueous surfactant solution, **Carbon**, **45** (3): 618-623.
35. Li, B., Nie, S., Hao, Y., Liu, T., Zhu, J., Yan, S., 2015. Stearic-acid/carbon-nanotube composites with tailored shape-stabilized phase transitions and light-heat conversion for thermal energy storage, **Energy Conversion and Management**, **98**: 314-321.
36. Liu, P., 2005. Modifications of carbon nanotubes with polymers, **European Polymer Journal**, **41** (11): 2693-2703.

37. Datsyuk V., Kalyva M., Papagelis K., Parthenios J., Tasis D., Siokou A., Kallitsis I., Galiotis C., 2008. Chemical oxidation of multiwalled carbon nanotubes, **Carbon**, **46** (6): 833-840.
38. Yu, T., 2014. Surfactant assisted dispersion of single-walled carbon nanotubes in polyvinylpyrrolidone solutions, The University of Western Ontario, M.S. Thesis, London, Ontario, 117 pp.
39. Lee, J., Kim, M., Hong, C.K., Shim, S.E., 2007. Measurement of the dispersion stability of pristine and surface-modified multiwalled carbon nanotubes in various nonpolar and polar solvents, **Measurement Science and Technology**, **18** (12): 3707-3712.
40. Cornell, J.A., 2002. Experiments With Mixtures: Designs, Models, and The Analysis of Mixture Data, 3rd Edition. Wiley Series in Probability and Statistics, New York, 649 pp.
41. Smith, W.F., 2005. Experimental Design for Formulation, ASA-SIAM Series on Statistics and Applied Probability, Philadelphia:SIAM. 349 pp.
42. Piepel, G.F., 2007. Mixture experiments, pp. 1099-1112. In: ncyclopedia of Statistics in Quality and Reliability (Eds. F Ruggeri, R Kenett, and FW Faltin), John Wiley & Sons Ltd., Chichester.
43. Piepel, G.F., Cornell, J.A., 1994. Mixture experiment approaches - examples, discussion and recommendations, **Journal of Quality Technology**, **26** (3):177-196.
44. Kukreja, T.R., Kumar, D., Prasad, K., Chauhan R.C., Choe, S., Kundu, P.P., 2002. Optimization of physical and mechanical properties of rubber compounds by response surface methodology-two component modelling using vegetable oil and carbon black, **European Polymer Journal**, **38** (7): 1417–1422.
45. Bautista-Gallego, J., Arroyo-López, F. N., Chiesa, A., Durán-Quintana, M. C., Garrido-Fernández, A., 2008. Use of a D-optimal design with constraints to quantify the effects of the mixture of sodium, potassium, calcium and magnesium chloride salts on the growth parameters of *Saccharomyces*, **Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology**, **35** (8): 889–900.

46. Schrevens, E., Cornell, J., 1993. Design and analysis of mixture systems: applications in hydroponic plant nutrition research, **Plant and Soil**, 154 (1): 45-52.
47. Borkowski, J.J., Piepel, G.F., 2009. Uniform designs for highly constrained mixture experiments, **Journal of Quality Technology**, 41(1): 35-47.
48. Dingstad, G., Egeland, B., Naes, T., 2003. Modeling methods for crossed mixture experiments—A case study from sausage production, **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, 66 (2): 175-190.
49. Sahni, N.S., Piepel, G.F., Naes, T., 2009. Product and process improvement using mixture-process variable methods and robust optimization techniques, **Journal of Quality Technology**, 41 (2): 181-197.
50. Toker, Ö.S., Doğan, M., Caniyilmaz, E., Ersöz, B., Kaya, Y., 2013. The effects Of different gums and their interactions on the rheological properties of a dairy dessert: A mixture design approach, **Food and Bioprocess Technology**, 6 (4): 896-908.
51. Doğan, M., Ersöz, N.B., Toker, Ö.S., Kaya, Y., Caniyilmaz, E., 2014. Optimization of gum combination for instant pudding based on creep and recovery parameters by mixture design approach, **European Food Research and Technology**, 238 (1): 47-58.
52. Furlanetto, S., Cirri, M., Piepel, G., Mennini, N., Mura, P., 2011. Mixture experiment methods in the development and optimization of microemulsion formulations, **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, 55 (4): 610–617.
53. Kaya, Y., Piepel, G.F., Caniyilmaz, E., 2013. Development of a rubber-based product using a mixture experiment: a challenging case study, **Progress in rubber Plastics and Recycling Technology**, 29 (3): 123-149.
54. Şehirlioğlu, A.K., Özler, C., 2008. The use of mixture experiments in tolerance allocation problems, **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, 35 (7-8): 769-777.

55. Rüzgar, B., 2008. Bireysel emeklilik fonlarında fon yapılarının karma denemeler yöntemi ile incelenmesi, **Süleyman Demirel Üniversitesi İktisadi ve İdari Bilimler Fakültesi Dergisi**, **13** (1): 111-131.
56. Choi, H., Shin, J., Min, B., Park, J., Bae, D., 2009. Reinforcing effects of carbon nanotubes in structural aluminum matrix nanocomposites, **Journal of Materials Research**, **24** (8): 2610–2616.
57. Thakur, S.K., Srivatsan, T.S., and Gupta, M., 2007. Development and characterization of magnesium composites containing nano-sized silicon carbide and carbon nanotubes as hybrid reinforcements, **Journal of Materials Science**, **42** (24):10040-10046.
58. Bonalume, B.C.F., Lebrão, G.W., Rossi, J.L., 2011. Functionalized carbon nanotubes for nanocomposites, 16th International Conference on Composite Structures, June 28-30, Porto.
59. ASTM E23-09, 2009. Standard Test Method for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, Society of Automotive Engineers (SAE).
60. ASTM G1-03, 2003. Standard practice for preparing, cleaning, and evaluating corrosion test specimens, Society of Automotive Engineers (SAE).
61. ASTM G31-72, 2004. Standard practice for laboratory immersion corrosion testing of metals, Society of Automotive Engineers (SAE).
62. Calcite. (Web sayfası: <https://en.wikipedia.org/wiki/Calcite>), (Erişim tarihi: 25 Aralık 2015).
63. Calcite. (Web sayfası: <http://www.mindat.org/min-859.html>), (Erişim tarihi: 25 Aralık 2015)
64. S. Amelinckx, J. Van Landuyt, 2003. Transmission Electron Microscopy, pp. 53-87. *In: Encyclopedia of Physical Science and Technology*, (Ed. Robert A.Meyers). Academic Pres.
65. ASTM E384-11, 2011. Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, Society of Automotive Engineers (SAE).
66. Garvin, P., 2010. Iowa's Minerals: Their occurrence, origins, industries, and lore, University of Iowa Press, 256 pp.

67. Capek, J., Vojtech, D., 2013. Properties of porous magnesium prepared by powder metallurgy”, **Materials Science and Engineering C**, **33** (1): 564-569.
68. Montgomery, D.C., 2005. Design and Analysis of Experiments, 6th Edition. John Wiley, Sons, Hoboken, NJ, 752 pp.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı: Yahya KAYA

Uyruğu: Türkiye (TC)

Doğum Tarihi ve Yeri: 1974, Rissen-HOLLANDA

Medeni Durumu: Evli

Tel: +90 533 3581180

E-mail: kayayahya@gmail.com

Yazışma Adresi: Yenidoğan Mah. Kılıçaslan Sok. Yağmurevler Sitesi A Blok 8/16
38280 Talas/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Erciyes Üni. F.B.E., End.Müh. A.B.D., Kayseri	2009
Lisans	Gazi Üni. M.F.,End.Müh., Ankara	1997
Lise	Fevzi Çakmak Lisesi, Kayseri	1991

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
1997- Halen	2'nci Hava İkmal Bakım Merkezi K.1ığı	Kalite Sistem Mühendisi

YABANCI DİL

İngilizce

YAYINLAR

1. Caniyilmaz E., Kaya Y., (2009). "The Improvement Of Productivity On Smes By Using Mixture Design", *Innovative Approaches to University & Small and Medium Enterprises (SMEs) Cooperation*, LITVANYA, 19-20 March.
2. Caniyilmaz E., Kaya Y., (2010). "A Brief Survey Of Mixture Experiments: Theory, Designs And Applications", *Intelligent & Manufacturing Systems IMS Symposium 2010*, BOSNA HERSEK, 15-17 September.
3. Kaya, Y., Piepel, G.F., Caniyilmaz, E. (2013). "Development Of A Rubber-Based Product Using A Mixture Experiment: A Challenging Case Study", **Progress in Rubber Plastics and Recycling Technology**, 29(3):123-149.
4. Doğan, M., Ersöz, N.B., Toker, Ö.S., Kaya, Y., Caniyilmaz, E. (2014). "Optimization Of Gum Combination For Instant Pudding Based On Creep And Recovery Parameters By Mixture Design Approach", **European Food Research and Technology**, 238(1):47-58.
5. Toker, Ö.S., Doğan, M., Caniyilmaz, E., Ersöz, B., Kaya, Y. (2013). "The Effects Of Different Gums And Their Interactions On The Rheological Properties Of A Dairy Dessert: A Mixture Design Approach", **Food and Bioprocess Technology**, 6(4):896-908.
6. Karamış, M. B, Sarı, F. N., Kaya,Y., 2015. The Effect Of Sliding Speed On Wear Behaviors Of Hybrid Mg Alloy Composites Reinforced With Carbon Nanotube and Cerium, pp. 2148-7464. *3rd International Symposium On Innovative Technologies In Engineering and Science*, 3-5 June, Valencia – Spain.
7. Karamış, M. B., Kaya,Y., Sarı,F.N., 2015. Methodology For Manufacturing Of Homogeneous Carbon Nanotube-Magnesium Alloy Powder Mixtures. *15th European Conference on Mixing*, 3-28 July, Saint Petersburg-Russia.
8. Karamış, M. B, Sarı, F. N., Kaya,Y. ,2015. Friction Behaviour Of The Hybrid Mg Alloy Composites Reinforced With Carbon Nanotube And Cerium, *1st International Conference On Tribology*, 7–9 October, Yıldız Technical University İstanbul – Turkey.
9. Sarı, F. N., Karamış, M. B., Kaya,Y., 2015. Magnezyum Alaşımı Esaslı Karbon Nanotüp ve Seryum Takviyeli Kompozitlerde Homojen Karışım Özelliklerinin İncelenmesi. *III. Uluslararası Katılımlı Ege Kompozit Malzemeler Sempozyumu*, 5-7 Kasım, İzmir/Türkiye.