

# Toz Metalürjisi Metoduyla Üretilen Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Metal Matrisli Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

Mahmut Can Şenel<sup>\*1</sup>

Mevlüt Gürbüz<sup>2</sup>

Erdem Koç<sup>3</sup>

## ÖZ

Bu çalışmada, toz metalürjisi metoduyla alüminyum matrise ağırlıkça %0-12 arasında değişen oranlarda Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısı yapılmış ve takviye oranının kompozitlerin mekanik özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Üretilen kompozitlerin mikroyapısı ve kristal yapısı, sırasıyla taramalı elektron mikroskopu (SEM) ve X-ışını difraktometresiyle (XRD) analiz edilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda, saf alüminyumun sertlik değeri yaklaşık 28 HV olup, ağırlıkça %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısıyla sertliğin 58 HV'ye kadar arttığı gözlenmiştir. Saf alüminyumun maksimum basma dayanımı 100 MPa iken %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısında 268 MPa'ya yükselmiştir. Bu katkı oranından sonra ise Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozlarının topaklanmasıyla beraber deneysel yoğunluğun, sertliğin ve basma dayanımının düştüğü tespit edilmiştir. Sonuç olarak, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesinin belli bir orana kadar alüminyum kompozitlerin mekanik özellikleri ve mikroyapısı üzerine olumlu katkı yaptığı gözlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Alüminyum, silisyum nitrid, toz metalürjisi, mikroyapı

## The Investigation on Mechanical Properties of Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Metal Matrix Composites Fabricated by Powder Metallurgy Method

### ABSTRACT

In this study, 0-12wt.% of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> was added to the aluminum matrix by powder metallurgy method. The effect of the reinforcement amount on the mechanical properties of aluminum composites was examined. Microstructure and crystal structure of these composites were analyzed by scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffractometry (XRD), respectively. As a result of the experiments, it was observed that the hardness value of pure aluminum was approximately determined as 28 HV. The hardness of aluminum composites increased to 58 HV with the addition of 9wt.% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> to aluminum matrix. The ultimate compressive strength of pure aluminum was obtained as 100 MPa. On the other hand, the ultimate compressive strength of Al-9%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composite was increased to 268 MPa. After this content (9wt.% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>), it was determined that the experimental density, hardness and ultimate compressive strength decreased due to the agglomeration tendency of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> powders. As a result, it was observed that a certain amount of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> reinforcement makes a positive contribution to the mechanical properties and microstructure of aluminum based composites.

**Keywords:** Aluminum, silicon nitride, powder metallurgy, microstructure

\* İletişim Yazarı

Geliş/Received : 15.11.2017

Kabul/Accepted : 24.04.2018

<sup>1</sup> Arş. Gör. Dr, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Müh. Fak., Makine Müh. Bölümü, Samsun - mahmutcan.senel@omu.edu.tr

<sup>2</sup> Doç. Dr., Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Müh. Fak., Makine Müh. Bölümü, Samsun - mgurbuz@omu.edu.tr

<sup>3</sup> Prof. Dr., Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Müh. Fak., Makine Müh. Bölümü, Samsun - erdemkoc@omu.edu.tr



## 1. GİRİŞ

Günümüzde malzemelerin fiziksel, mekanik, elektriksel ve ısıl özelliklerini iyileştirmeye yönelik yapılan AR-GE faaliyetleri artarak devam etmektedir. Özellikle havacılık, uzay, otomotiv ve askeri uygulama alanlarında hafif dayanıklı malzemelere duyulan ihtiyaç, bu alanlardaki çalışmaların yürütülmesini teşvik etmektedir [1]. Bu ihtiyacı karşılamak için kompozit malzemeler geliştirilmektedir. Kompozit malzemeler, matris malzemesine göre metal, seramik ve polimer matrisli kompozitler şeklinde sınıflandırılmaktadır. Metal matrisli kompozitler, metal veya alaşımından oluşan bir matris malzeme ile çoğunlukla partikül hâldeki takviye elemanından oluşmaktadır. Kompozit yapıda, alüminyum (Al), titanyum (Ti), magnezyum (Mg), bakır (Cu) gibi metaller matris malzeme olarak; metal nitürler ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ , TiN, TaN, ZrN vb.), metal karbürler (SiC,  $\text{B}_4\text{C}$ , WC vb.) ve metal oksitler ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  vb.) ise takviye elemanı olarak kullanılmaktadır [2].

Metal matris kompozitlerde matris malzeme olarak kullanılan alüminyum, neredeyse %100 geri dönüşümü olan, şekillendirilebilirliği yüksek, hafif, iyi elektrik ve ısıl iletkenliğe sahip bir malzeme olması sebebiyle yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Günümüzde alüminyum ve alaşımları, inşaat sektörü, havacılık, uzay ve otomotiv sanayi gibi birçok alanda kullanılmaktadır [3]. Takviye elemanı olarak tercih edilebilen silisyum nitür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), oksit dışı nitür seramikler içerisinde yer alan üstün özellikleri olan seramik bir malzemedir. Sahip olduğu yüksek sertlik, iyi aşınma direnci, düşük ısıl genleşme katsayısı, üstün ısıl şok direnci, yüksek sürünme ve korozyon dayanımı gibi özellikleri sebebiyle  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , yüksek performans gerektiren uygulamalar için aranan bir malzeme konumundadır [4].

Silisyum nitür, iyi mekanik ve tribolojik özelliklere sahip olması sebebiyle birçok endüstriyel alanda tercih edilmektedir.  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün uygulama alanları genel olarak üç grupta toplanmaktadır: Özel refrakter malzeme olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  kullanımı, yüksek performanslı mühendislik malzemesi olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  kullanımı ve elektrik-elektronik alanlarında  $\text{Si}_3\text{N}_4$  kullanımı. Bu sebeple, kaynak makaraları, kaynak teknolojisi, sızdırmazlık halkaları, rulmanlar, tel çekme araçları, boru şekillendirme araçları, kesim malzemeleri, kesme seramikleri, nozullar, pompa elemanları, şekillendirme uygulamaları, seramik kesim malzemeleri, otomobil motor valfleri, yatak silindirleri ve gaz türbinlerinde kullanılmaktadır [5].

$\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerin mekanik özelliklerinin ve aşınma dayanımının belirlenmesine yönelik literatürde çeşitli çalışmalar mevcuttur. Yürütülen bir çalışmada, karıştırma döküm yöntemiyle ağırlıkça %0, 2, 4, 6, 8  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , AlN, ZrB<sub>2</sub> katkılı Al2618 matrisli kompozitler üretilmiştir. Kompozitlerin sertlik, çekme ve basma dayanımı gibi mekanik özellikleri ve korozyon direncinin artan katkı maddesiyle arttığı belirlenmiştir [6]. Diğer bir çalışmada,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyeli alüminyum matrisli kompozitlerde üretim yönteminin (mekanik alaşımlama ve bilyalı değirmen-



de öğütme) mekanik özelliklere olan etkisi incelenmiştir. Sonuçlar, mekanik alaşımlama tekniğiyle Al matris içerisinde Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozlarının daha homojen dağıldığını ve bu homojen dağılımın sertlik ve eğme dayanımını artırdığı belirlenmiştir. Ağırlıkça %10 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesinde ve 660 °C sinterleme sıcaklığında kompozit malzemenin mekanik özelliklerinin daha iyi olduğu sonucuna varılmıştır [7]. Literatürde, karıştırma döküm yöntemiyle ağırlıkça %0, 2, 4, 6, 8 katkılı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN, ZrB<sub>2</sub> katkılı Al2618 matrisli kompozitlerin tribolojik ve mekanik özellikleri analiz edilmiştir. Ağırlıkça %8 takviye oranında, 10 N yüklemde, 5 m/s hız oranında en düşük aşınma oranına (0,00030 mm<sup>3</sup>/m) ulaşılmıştır. Takviye oranının artmasıyla sertlik, çekme ve basma dayanımı gibi mekanik özellikler de artmıştır [8]. Bir diğer çalışmada ise, karıştırma döküm yöntemiyle Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli alüminyum alaşım kompozitlerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Alüminyum matriste, takviye oranının (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) %0'dan %12'ye artmasıyla kompozitin maksimum çekme dayanımının, sertliğinin ve yoğunluğunun arttığı belirlenmiştir [9]. Ağırlıkça %0, 2, 4, 6, 8 katkılı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN ve ZrB<sub>2</sub> takviyeli Al2618 matrisli kompozitin farklı sıcaklıklardaki aşınma davranışı literatürde incelenmiştir. Aşınma testlerinde sıcaklık, yük, hız ve kayma mesafesi gibi parametrelerdeki değişimin aşınma oranı (m/mm<sup>3</sup>), aşınma direnci (m/mm<sup>3</sup>), özgül aşınma oranı (m/Nm) ve sürtünme katsayısı üzerine olan etkisi analiz edilmiştir. Takviye oranının artmasıyla Vickers sertliği, çekme ve basma dayanımı gibi mekanik özelliklerin iyileştiği tespit edilmiştir. Üretilen kompozit için %8 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye oranında, 200 °C çalışma sıcaklığında, 10 N yüklemde, 5 m/s hızda ve 2000 m kayma mesafesinde minimum aşınma oranına (0,000523 mm<sup>3</sup>/m) ulaşılmıştır [10].

Literatür çalışmalarında, takviye elemanı olarak 10-50 µm boyut aralığına sahip Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozu kullanılırken, bu çalışmada ilk kez düşük boyutlu (800 nm) Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozu, saf alüminyum matrise takviye elemanı olarak kullanılmıştır. Ayrıca literatürde daha çok döküm yöntemiyle düşük yoğunluklu çalışmalar bulunmaktadır. Toz metalürjisi yöntemiyle yüksek yoğunluklu Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli alüminyum matrisli kompozitler üzerine çok çalışma bulunmamaktadır. Bu çalışmada, toz metalürjisi metoduyla ağırlıkça %0-12 arasında değişen oranlarda silisyum nitrür (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) takviyeli alüminyum esaslı kompozitler üretilerek Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı oranının kompozitin deneysel yoğunluğu, yüzde çekme miktarı, Vickers sertliği ve basma dayanımı üzerine olan etkisi incelenmiştir.

## 2. MATERYAL VE YÖNTEM

### 2.1 Materyal

Alüminyum ve alaşımları sahip olduğu üstün fiziksel ve mekanik özelliklerden dolayı uzay, havacılık, otomotiv, inşaat gibi birçok alanda yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Saf alüminyum, oda sıcaklığında yüzey merkezli kübik (YMK) yapıda olup alüminyumun ergime sıcaklığı 660,2 °C, yoğunluğu 2,7 g/cm<sup>3</sup>, elastisite modülü 68,3 GPa, sertliği HB 21, çekme dayanımı yaklaşık 90 MPa'dır (Tablo 1) [11].



**Tablo 1.** Saf Alüminyumun Fiziksel ve Mekanik Özellikleri [11]

Özellik	Değer
Kristal yapısı	YMK
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> ) (20 °C'de)	2,7
Ergime sıcaklığı (°C)	660,2
Elastisite modülü (GPa)	68,3
Elektrik iletkenliği (mΩ <sup>-1</sup> /mm <sup>2</sup> ) (20 °C'de)	37,6
Sertliği (HB)	~21
Vickers Sertliği (HV)	~28
Çekme dayanımı (MPa)	~90
Poisson oranı	0,34

Takviye elemanı olarak kullanılabilen Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, α ve β olmak üzere iki farklı kristal yapıda bulunabilen iyonik-kovalent (%70 kovalent) bağlı bir malzemedir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, düşük sıcaklıklarda α, yüksek sıcaklıklarda β yapıda bulunmakta ve her iki yapıda da hegzagonal merkezli kübik (HMK) yapıdadır. α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'den daha serttir. β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ise 1420 °C üzeri yüksek sıcaklıklarda dengelidir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> malzemenin genel özellikleri Tablo 2'de verilmiştir. Burada Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün erime/bozunma sıcaklığı 1800 °C, yoğunlukları α fazı için 3,118-3,168 g/cm<sup>3</sup>, β fazı için 3,19-3,202 g/cm<sup>3</sup>, sertliği 1400-1700 MN/m<sup>2</sup> ve elastisite modülü 280-320 GPa'dır [5, 12].

**Tablo 2.** Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Seramik Malzemenin Fiziksel ve Mekanik Özellikleri [12]

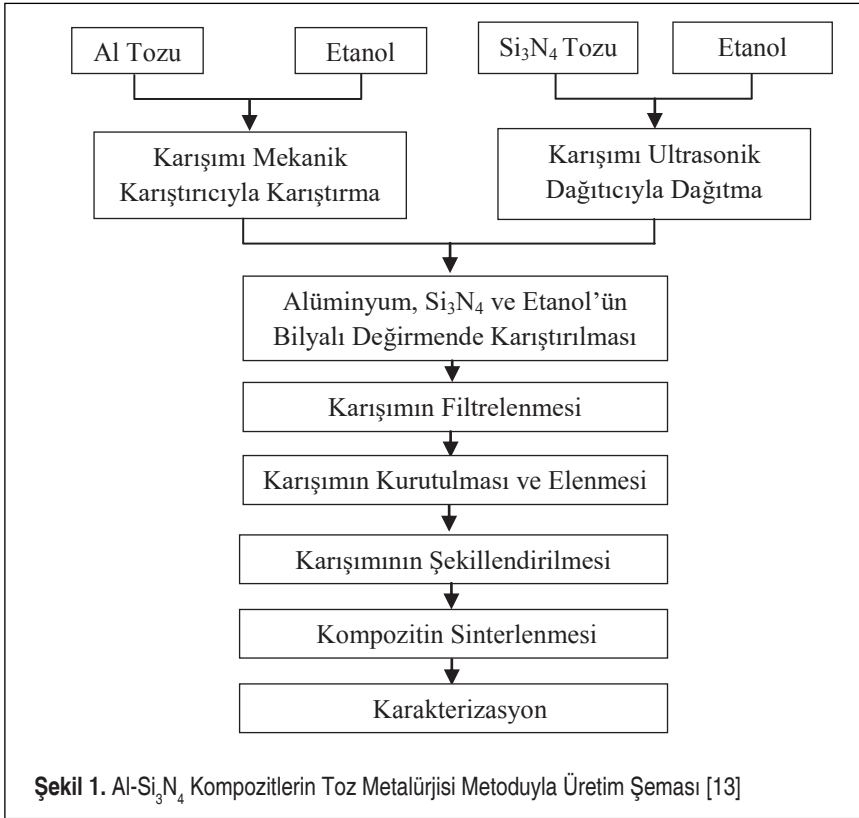
Özellik	Büyükük
Teorik yoğunluk	α fazı: 3,118-3,168 g/cm <sup>3</sup> β fazı: 3,19-3,202 g/cm <sup>3</sup>
Malzeme yoğunluğu	%95-100
Maksimum çalışma sıcaklığı	1573 K
Termal genişleme katsayısı (293-1473 K)	2,9-3,6x10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>
Elektrik direnci [25 °C]	10 <sup>13</sup> Ωcm
Mikro Vickers sertliği	1400-1700 MNm <sup>-2</sup>
Eğme dayanımı [25 °C, 4 nokta eğme]	600-1000 MPa
Kırılma tokluğu [25 °C]	5-8 MPa.m <sup>1/2</sup>
Elastisite modülü	280-320 GPa
Termal iletkenliği	15-30 W.m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>



Bu çalışma kapsamında, matris malzeme olarak ortalama 10 µm boyutlu Alfa Aeser firmasından ticari olarak satın alınan saf alüminyum tozu ve takviye elemanı olarak ise Ube Industries firmasından temin edilen ortalama 800 nm boyutlu Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozu kullanılmıştır.

## 2.2 Yöntem

Bu çalışmada, toz metalürjisi metoduyla Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozitler üretilmiş olup üretim aşamaları; mekanik karıştırma, ultrasonik dağıtma, öğütme, filtreleme, kurutma, eleme, şekillendirme, sinterleme ve karakterizasyon şeklinde sıralanmaktadır (Şekil 1). İlk aşamada alüminyum tozları etanol içerisinde mekanik karıştırıcıyla karıştırılmıştır. Bu sırada, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozları etanol içerisinde ultrasonik dağıtıcıyla topaklanmaların önlenmesi amacıyla dağıtılmıştır. Her iki çözelti birleştirilerek 12 saat süresince bilyalı değirmende öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Bilyalı değirmenle gerçekleştirilen öğütme işleminde, bilyaların merkezkaç kuvveti etkisiyle yapı içerisindeki alüminyum ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> toprakları kırması sağlanmaktadır. Öğütme işlemi sonrası karışım içerisindeki etanolü uzaklaştırmak için filtreleme işlemi uygulanmıştır. Filtrelenen





partikülleri kurutmak için karışım, etüv içerisinde 50 °C'de ve 16 saat süresince vakum altında kurutulmuştur. Kurutma sonrası oluşabilecek topaklanmaları önlemek amacıyla agat havanda ezme ve eleme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Şekillendirme işlemi için toz karışımı, 13 mm çapındaki paslanmaz çelik kalıp içerisine yerleştirilerek 600 MPa basınçta şekillendirilmiştir. Sinterleme işlemi,  $T_s=630$  °C sıcaklıkta ve  $t_s=180$  dk süresince gerçekleştirilmiştir. Sinterlenen numunelerin yüzeyindeki oksit tabakayı uzaklaştırmak için Metkon marka zımparalama ve parlatma cihazıyla yüzey zımparalanmış ve parlatılmıştır. Bütün bu işlemler neticesinde; silindirik numuneler deneysel yoğunluk, sertlik, basma dayanımı ölçümü ile mikroyapı analizleri için hazır hâle getirilmiştir.

Tozların ve üretilen kompozitlerin karakterizasyon çalışmaları için lazer partikül boyut ölçüm cihazı, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X-ışını kırınımı (XRD) cihazından faydalanılmış olup bu analizler Ondokuz Mayıs Üniversitesi (OMÜ) Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma Merkezi (KİTAM)'nde gerçekleştirilmiştir. Tozların partikül boyut ölçümü Malvern Mastersizer 3000 model lazer partikül boyut ölçüm cihazıyla, kompozitlerin kırık yüzey görüntüleri Jeol JSM 7001F model taramalı elektron mikroskobuyla, faz analizleri ise Rigaku SmartLab model X-ışını kırınımı cihazıyla gerçekleştirilmiştir. X-ışınları analizinde, Cu K- $\alpha$  1,54 Å dalga boyunda bir radyasyon kaynağı kullanılmıştır.

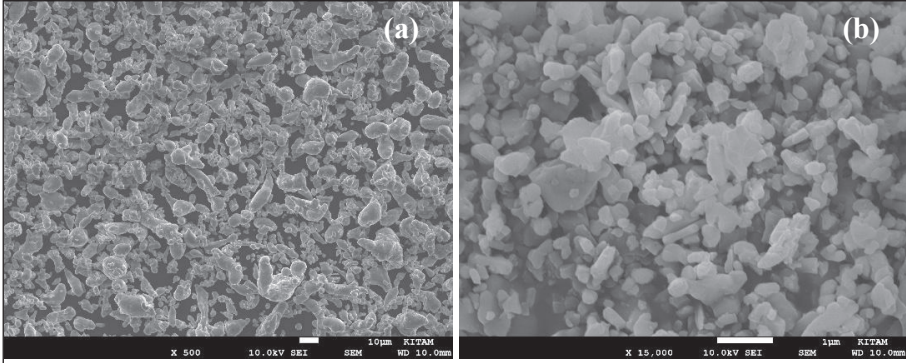
Malzemelerin yoğunlukları Arşimet terazisiyle Arşimet prensibine dayanarak belirlenmiştir. Kompozitlerin sertlik ölçümleri, HV-1000 Vickers sertlik ölçüm cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Üretilen alüminyum kompozitlere 1,961 N'lik (0,2 kgf) yük 15 s süresince uygulanarak Vickers sertlik değerleri ölçülmüştür. Ayrıca, üretilen kompozitlerin maksimum basma dayanımları universal test makinasıyla (Mares-10t) belirlenmiştir.

### 3. ARAŞTIRMA SONUÇLARI

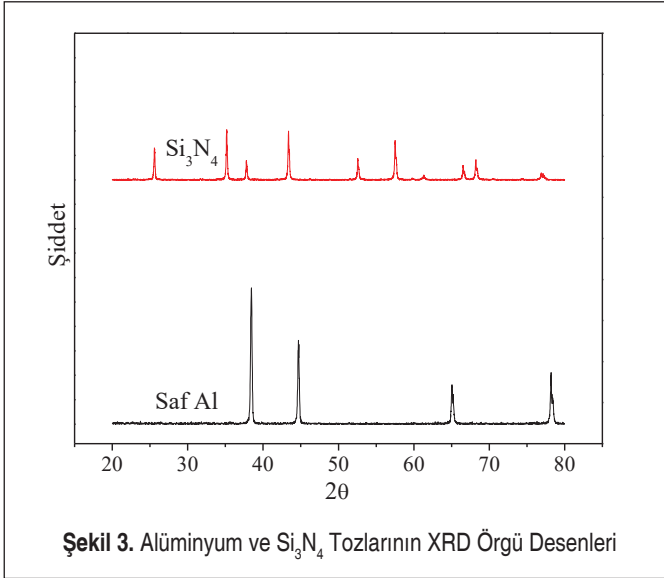
#### 3.1 Tozların Karakterizasyonu

Alüminyum ve  $Si_3N_4$  tozlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri Şekil 2'de verilmiştir. Alüminyum ve  $Si_3N_4$  tozların görüntüleri incelendiğinde, partiküllerin daha çok küresele yakın bir morfolojide olduğu ve kısmi olarak da çubuksu partiküllerin bulunduğu gözlenmiştir.

Saf alüminyum ve  $Si_3N_4$  tozlarının XRD örgü desenleri incelendiğinde, belirtilen kırınım açıları için tozların saf alüminyum ( $2\theta= \sim 39^\circ, 45^\circ, 65^\circ, 78^\circ$ ) ve  $Si_3N_4$ 'e ( $2\theta= \sim 43^\circ, 47^\circ, 48^\circ, 58^\circ, 59^\circ, 73^\circ$ ) ait olduğu görülmektedir (Şekil 3). Tozların faz analizi, sinterleme sonrası oluşacak olan Al- $Si_3N_4$  kompozite ait fazların belirlenmesi ve alü-



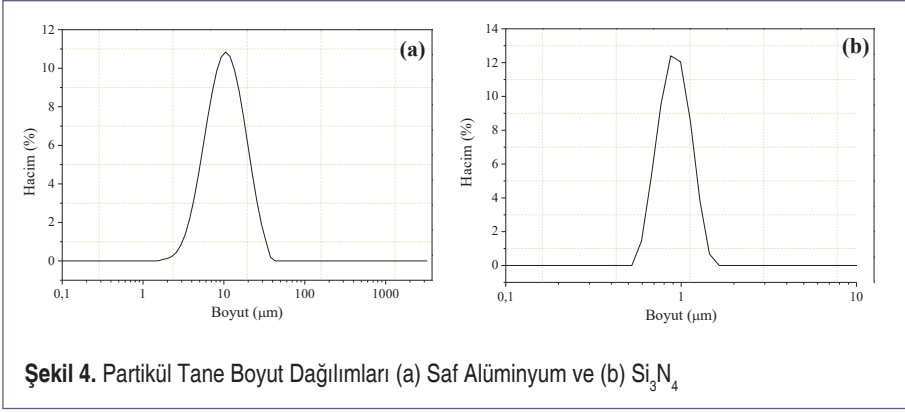
**Şekil 2.** SEM Görüntüleri; a) Saf Alüminyum ve b) Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Tozları



**Şekil 3.** Alüminyum ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Tozlarının XRD Örgü Desenleri

minyumun Si ve N ile oluşturabileceği ara fazların oluşup oluşmadığının değerlendirilmesi açısından son derece önem arz etmektedir.

Bu çalışmada, matris malzeme olarak %99 saflıkta ve 7-15 µm boyut aralığında saf alüminyum tozu, takviye elemanı olarak %99 saflıkta 0,6-1,4 µm boyut aralığında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozu kullanılmıştır. Alüminyum ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozlarının boyut dağılımı Mastersizer 3000 lazer partikül boyut ölçüm cihazıyla hacimsel yoğunluk teorisine göre ölçülmüş olup alüminyum ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozlarının ortalama boyutunun sırasıyla 10 µm ve 0,8 µm olduğu belirlenmiştir (Şekil 4).



Şekil 4. Partikül Tane Boyut Dağılımları (a) Saf Alüminyum ve (b) Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

### 3.2 Kompozitlerin Deneysel Yoğunluğu, Sertliği ve Basma Dayanımı

Üretilen silisyum nitrür takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin deneysel yoğunluğu ( $\rho_D$ ), Arşimet terazisi yoğunluk ölçüm cihazından faydalanılarak belirlenmektedir. Deneysel yoğunluk ( $\rho_D$ ) formülü Eşitlik (1)'de verilmiş olup bu eşitlikteki  $\rho_{su}$  suyun yoğunluğu ( $g/cm^3$ ),  $m_K$  kompozitlerin kuru kütlesi (g),  $m_D$  sıvı içerisindeki suya doymuş kütlesi (g) ve  $m_A$  ise su içerisinde ölçülen asılı kütlesidir (g):

$$\rho_D = \left( \frac{m_K}{m_D - m_A} \right) \times \rho_{su} \quad (1)$$

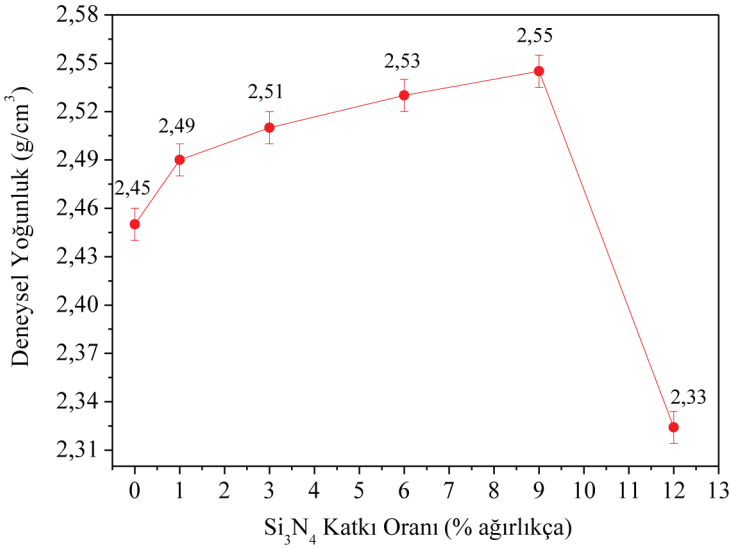
Alüminyum esaslı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli kompozitlerde, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı oranıyla deneysel yoğunluğun değişimi Şekil 5'te verilmiştir. Tüm Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozit yapılarında, sinterlemenin etkisiyle yoğunluğun arttığı tespit edilmiştir. Sinterlenen kompozit yapıda en yüksek yoğunluk değerine ( $\rho=2,55 g/cm^3$ ) ağırlıkça %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye oranında ulaşılmıştır. Ağırlıkça %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı alüminyum kompozitte ise sinterlemenin etkisiyle yoğunluğun 2,55  $g/cm^3$ 'ten 2,33  $g/cm^3$ 'e düştüğü belirlenmiştir. Bu durumun katkı elemanı olarak kullanılan Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tozlarının topaklanmasından kaynaklandığı öngörülmektedir. Bu sebeple, çalışmanın ilerleyen bölümlerinde taramalı elektron mikroskobuyla karakterizasyon çalışmaları yürütülmüştür.

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyeli alüminyum matrisli kompozitler, sinterlemenin etkisiyle belli oranda çekmeye maruz kalabilmektedir. Kompozitlerde % hacimsel küçülme miktarı (%KM) Eşitlik (2)'de verilmiştir.

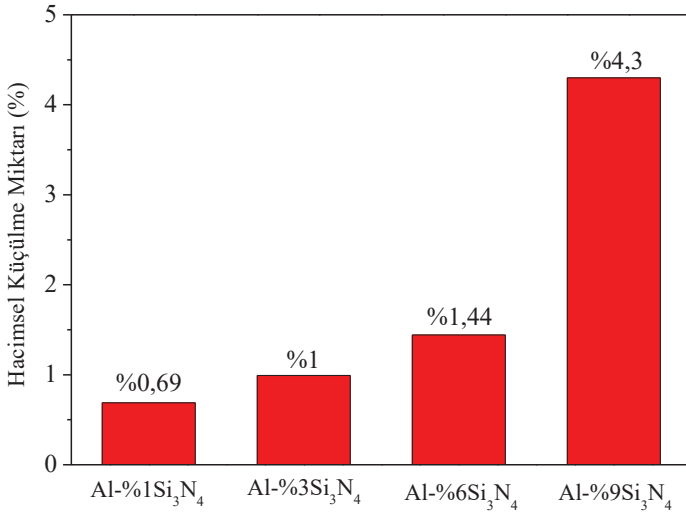
$$\%KM = \left( 1 - \frac{V_S}{V} \right) \times 100 = \left( 1 - \frac{d_S^2 \times L_S}{d^2 \times L} \right) \times 100 \quad (2)$$

Bu eşitlikte,  $d_s$  ve  $L_s$  sinterlenmiş silindirik numunenin çapı ve kalınlığı (mm),  $d$  ve  $L$  ise sinterleme öncesi numunenin çapı ve kalınlığıdır. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı oranına bağlı olarak





**Şekil 5.** Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Kompozitlerde Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Katkı Oranıyla Deneysel Yoğunluğun Değişimi

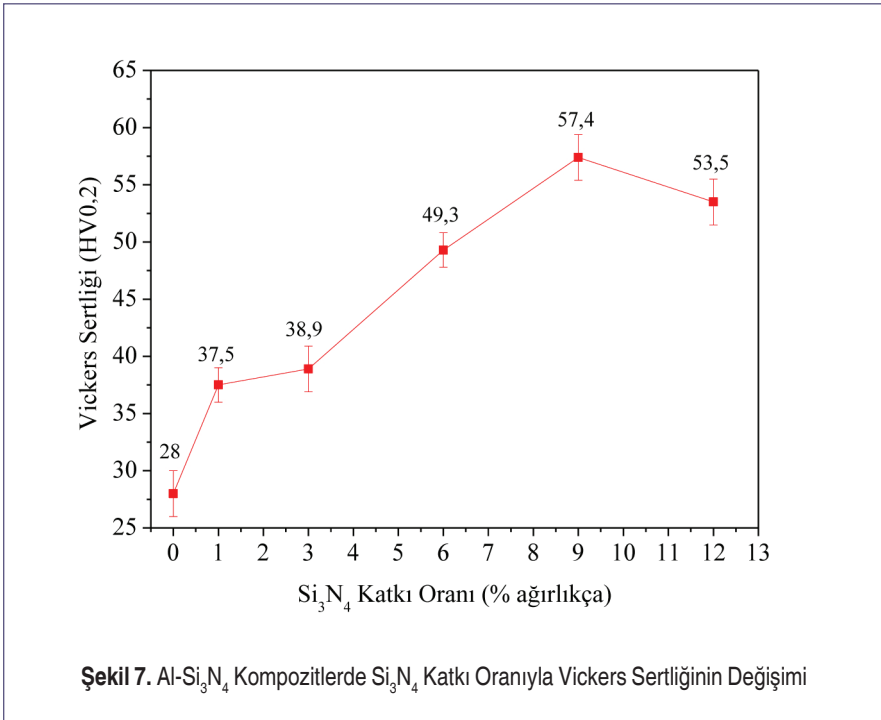


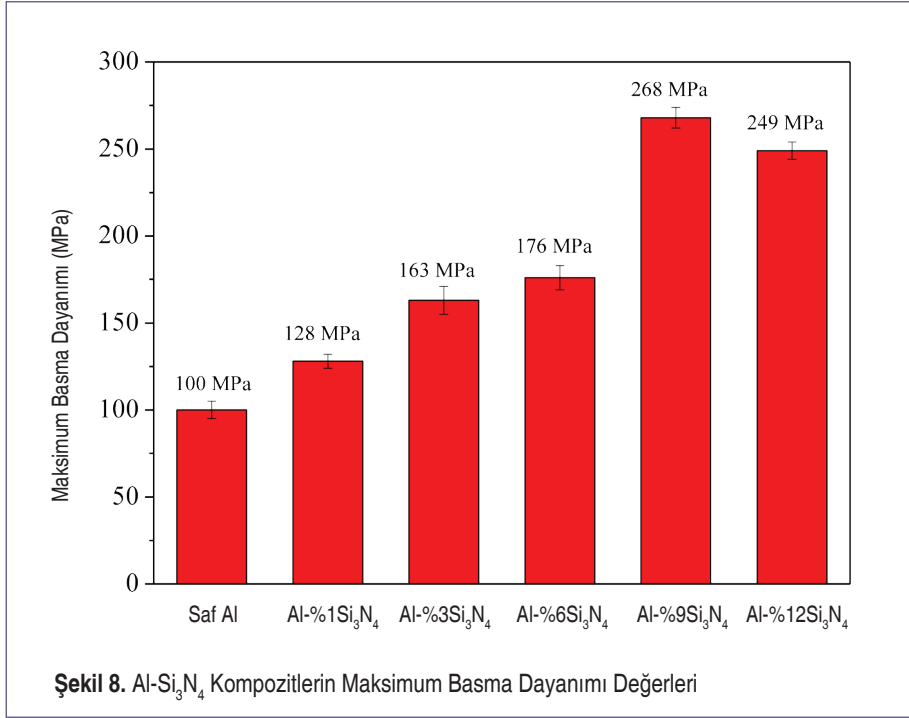
**Şekil 6.** Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Kompozitlerin Yüzde Hacimsel Pişme Küçülmesi Miktarı

sinterlemenin etkisiyle alüminyum esaslı kompozitte oluşan hacimsel küçülme (çekme) miktarı (%KM) Şekil 6’da verilmiştir.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkı oranının artmasıyla %hacimsel küçülmenin arttığı belirlenmiştir. %9  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkısında Al- $\text{Si}_3\text{N}_4$  kompozitte %4,3 oranında hacimsel küçülme oluşmuştur. %12  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkılı alüminyum kompozitte ise topaklanmanın etkisiyle hacimsel küçülmenin tersine aşırı seramik katkısı sebebiyle hacimsel büyüme (şişme) meydana gelmiştir. Bu durumun 800 nm boyutlu  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ’ün topaklanmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Al- $\text{Si}_3\text{N}_4$  kompozit yapıda  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkı oranına bağlı olarak kompozitin mikro Vickers sertliğindeki değişim Şekil 7’de verilmiştir. En yüksek sertlik değerine ağırlıkça %9  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesinde ulaşılmış olup bu takviye oranında sertlik değeri  $57,4 \pm 2$  HV olarak belirlenmiştir. Ağırlıkça %9  $\text{Si}_3\text{N}_4$  takviyesinden sonra  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ’ün topaklanması sebebiyle kompozitin mikro Vickers sertliğinin düştüğü tespit edilmiştir.

Al- $\text{Si}_3\text{N}_4$  kompozitlerin  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkı oranıyla maksimum basma dayanımı değişimi Şekil 8’de verilmiştir. Saf alüminyumun maksimum basma dayanımı  $100 \pm 5$  MPa iken, Al-%9 $\text{Si}_3\text{N}_4$  kompozitin maksimum basma dayanımı  $268 \pm 5$  MPa’ya yükselmiştir. Ağırlıkça %9  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkı oranından sonra ise maksimum basma dayanımı düşmüştür. Bu durum, alüminyum matrise  $\text{Si}_3\text{N}_4$  katkısının belli bir orana kadar (ağırlıkça %9) kompozitin mekanik özelliklerine olumlu yönde katkı yaptığını göstermektedir.

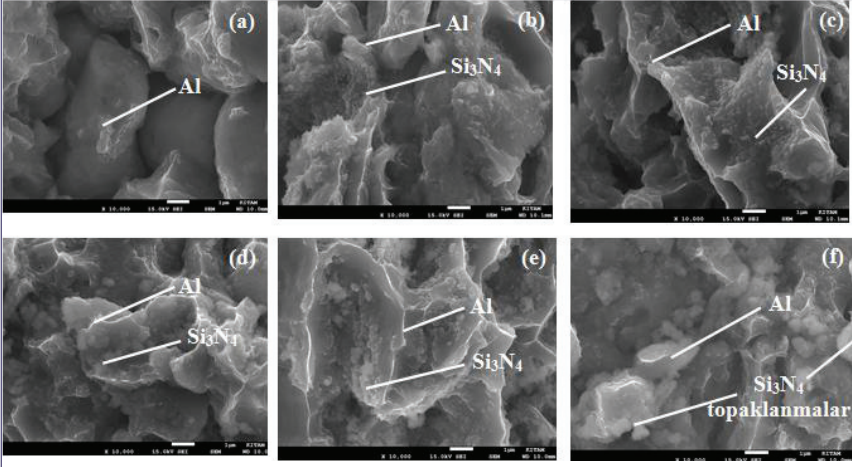




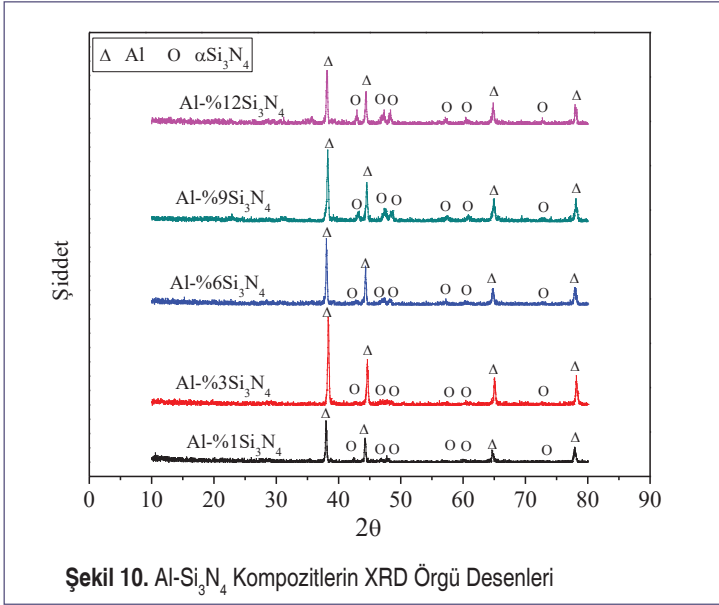
### 3.3 Kompozitlerin Karakterizasyonu

Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozitlerin karakterizasyon çalışmaları kapsamında taramalı elektron mikroskopuyla ağırlıkça %1, %3, %6, %9, %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkıli alüminyum esaslı kompozitlerin kırık yüzey iç yapı görüntüleri incelenmiştir (Şekil 9). Ağırlıkça %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısına kadar partiküllerin homojen bir şekilde dağıldığı görülmüştür. Takviye oranı ağırlıkça %9'dan %12'ye çıkarıldığında ise Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> partiküllerin topaklandığı tespit edilmiştir. Bu topaklanmaların, kompozitlerin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilediği görülmüştür.

Toz metalürjisi metoduyla farklı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı oranlarında üretilen Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozit yapıların XRD örgü desenleri Şekil 10'da verilmiştir. XRD örgü deseni incelendiğinde, tüm piklerin Al ve α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'e ait olduğu görülmüş olup sinterleme etkisiyle AlN gibi herhangi bir ikincil faz oluşumu gözlenmemiştir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> düşük sıcaklıklarda (1420°C'nin altındaki) α ve yüksek sıcaklıklarda (1420°C'nin üstündeki) β yapıda bulunmaktadır. Bu çalışmada, Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozit yapıların sinterleme sıcaklığının 630°C olması sebebiyle XRD faz analizinde yalnızca Al ve α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fazları gözlenmiştir.



Şekil 9. Kırık Yüzey İyçayırı Görüntüleri a) Saf Al, b) Al-1%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, c) Al-3%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, d) Al-6%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, e) Al-9%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve f) Al-12%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Kompozitler



Şekil 10. Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Kompozitlerin XRD Örgü Desenleri

#### 4. SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında, toz metalürjisi yöntemiyle ağırlıkça %1, 3, 6, 9 ve 12 katkı silisyum nitrür takviyeli alüminyum esaslı kompozitler üretilmiştir. Alüminyuma tak-



viye edilen Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkı oranının kompozitin deneysel yoğunluk, yüzde çekme miktarı, Vickers sertliği, basma dayanımı ve mikroyapısı üzerine olan etkisi incelenmiştir. Bu çalışma neticesinde elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir:

- Üretilen Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozitlerde, sinterlemenin etkisiyle ağırlıkça %3 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısında %1 hacimsel küçülme, %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısında sinterleme sonrası %4,3 hacimsel küçülme olduğu görülmüştür. Alüminyum matrise %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısında ise Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün topaklanma eğilimi sebebiyle gözenekler oluşmuş, bu gözeneklerden dolayı %2,55 oranında hacimsel büyüme gözlenmiştir.
- Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozit yapıda en yüksek yoğunluk değerine ( $\rho=2,55 \text{ g/cm}^3$ ) ağırlıkça %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviye oranında ulaşılmıştır. Ağırlıkça %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkılı alüminyum kompozitte ise deneysel yoğunluk  $2,33 \text{ g/cm}^3$ 'e düşmüştür. Yoğunluk artışının sebebi, sinterleme sıcaklığı ve süresinin yanı sıra Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün alüminyuma ( $2,7 \text{ g/cm}^3$ ) göre daha yüksek yoğunluğa ( $3,16 \text{ g/cm}^3$ ) sahip olmasıdır.
- Saf alüminyumun sertliği yaklaşık 28 HV değerindedir. Buna karşılık alüminyum matrise ağırlıkça %9 ve %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesi yapıldığında ise ortalama sertlik değeri sırasıyla 57,4 HV ve 53,5 HV'dir. Saf alüminyumun maksimum basma dayanımı 100 MPa iken, Al-%9Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozitin maksimum basma dayanımı 268 MPa'ya yükselmiştir. Yoğunluğa benzer şekilde basma dayanımının artması ise seramik malzemelerin tipik özelliği olan basma mukavemetinin yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.
- Alüminyum matrise ağırlıkça %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> takviyesine kadar kompozitin deneysel yoğunluğu, Vickers sertliği ve basma dayanımı artmıştır. Bu artışın nedenleri, yukarıda belirtildiği üzere takviye elemanının sahip olduğu yüksek yoğunluk, yüksek sertlik ve yüksek basma dayanımıdır. Bunların yanı sıra kompozit yapı içerisindeki Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün tane sınırlarına yerleşerek tane büyümesinin önüne geçmesi ve dislokasyon hareketini engellemesi mukavemet artışının bilimsel nedeni olarak gösterilebilir.
- Üretilen Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozitlerin faz analizi incelendiğinde; mekanik özellikleri olumsuz yönde etkileyebilecek olan herhangi bir ikincil faza (AlN) rastlanmamış olup yalnızca Al ve  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fazları gözlemlenmiştir. Al-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kompozitlerin kırık yüzey mikroyapı analizinde ise; %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısına kadar Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> partiküllerin homojen bir şekilde dağıldığı; %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısında ise Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> partiküllerin topaklandığı tespit edilmiştir.
- Alüminyum matrise %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısına kadar mekanik özelliklerin iyileştiği, ağırlıkça %9 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısından sonra ise mekanik özelliklerin kötüleştiği belirlenmiştir. Bu durum, kırık yüzey içyapı görüntülerinden de anlaşılacağı üzere ağırlıkça %12 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkısında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> partiküller topaklanmıştır. Bu topaklanma da kompozitlerin mekanik özelliklerini düşürmüştür. Sonuç olarak, alüminyum kompozit yapıda takviye elemanı olarak 800 nm toz boyutuna sahip Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kullanıldığında en iyi mekanik özelliklere sahip kompozit yapı Al-%9Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> olarak belirlenmiştir.



## TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Ondokuz Mayıs Üniversitesi'nin PYO.MUH.1902.15.001 ve PYO.MUH.1904.16.002 numaralı projeleriyle desteklenmiştir. Karakterizasyon çalışmaları Karadeniz İleri Teknoloji Araştırma Merkezi'nde (KİTAM) gerçekleştirilmiştir. Bu katkılarından dolayı Ondokuz Mayıs Üniversitesi'ne teşekkür ederiz.

## KAYNAKÇA

1. **Kalemtaş, A.** 2014. "Metal Matrisli Kompozitlere Genel Bir Bakış", Putech & Composites, Ekim-Kasım-Aralık sayısı, s. 18-30.
2. **Şahin, İ.** 2014. "Alüminyum Matrisli Kompozit Malzemelerin Matkap ile Delinmesi Konusunda Yapılan Çalışmaların İncelenmesi", Mühendis ve Makina Dergisi, cilt 55, sayı 649, s. 9-16.
3. **Şenel, C. M., Gürbüz, M., Koç, E.** 2015. "Grafen Takviyeli Alüminyum Matrisli Yeni Nesil Kompozitler," Mühendis ve Makina, cilt 56, sayı 669, s. 36-47.
4. **Akbulut, A., Tatlı, Z., Çalışkan, F.** 2009. "Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Seramiklerinin Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO Katkıları Kullanılarak Basıncısız Sinterlenmesi", 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu (IATS'09), Karabük, Türkiye.
5. **Bağcı, C.** 2007. "Sepiyolitten Silisyum Nitrür (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) Tipi Teknolojik Seramik Malzeme Üretimi ve Karakterizasyonu", Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
6. **Kumar, N. M., Kumaran, S.S., Kumaraswamidhas, L. A.** 2015. "An Investigation of Mechanical Properties and Corrosion Resistance of Al2618 Alloy Reinforced with Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN and ZrB<sub>2</sub> Composites", Journal of Alloys and Compounds, vol. 652, p. 244-249.
7. **Arik, H.** 2008. "Effect of Mechanical Alloying Process on Mechanical Properties of α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Reinforced Aluminum-Based Composite Materials", Materials and Design, vol. 29, p. 1856-1861.
8. **Kumar, N. M., Kumaran, S. S., Kumaraswamidhas, L. A.** 2016. "Aerospace Application on Al2618 with Reinforced-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN and ZrB<sub>2</sub> in-situ Composites", Journal of Alloys and Compounds, vol. 672, p. 238-250.
9. **Sharma, P., Sharma, S., Khanduja, D.** 2015. "Production and Some Properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Reinforced Aluminium Alloy Composites", Journal of Asian Ceramic Societies, vol. 3, p. 352-359.
10. **Kumar, N. M., Kumaran, S.S., Kumaraswamidhas, L. A.** 2016. "Wear Behaviour of Al 2618 Alloy Reinforced with Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN and ZrB<sub>2</sub> in situ Composites at Elevated Temperatures, Alexandria Engineering Journal, vol. 55, p. 19-36.
11. Aluminium-Specifications, Properties, Classifications and Classes, Supplier Data by Aalco, www.azom.com/article.aspx?ArticleID=2863#7, son erişim tarihi: 17 Ağustos 2017.
12. **Alpay, B. Y.** 2014. "Investigation of the Production of Silicon Nitride from Turkish Rice Husks", The Degree of Master Science, Middle East Technical University, Institute of Science, Metallurgy and Materials Engineering.
13. **Şenel, M. C., Gürbüz, M., Koç, E.** 2017. "Fabrication and Characterization of SiC and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Aluminum Matrix Composites by Powder Metallurgy Method", Universal Journal of Material Science, vol. 5, no. 5.