



**GRAFENOKSİTNANOTANECİKLERİ
KATKILI ALÜMİNA SERAMİK
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU
YÜKSEK LİSANS TEZİ**

Emine Çelmeli

Danışman

Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILDIZ

İkinci Danışman

Prof. Dr. Atilla EVCİN

NANOBİLİM VE NANOTEKNOLOJİ

ANABİLİM DALI

Temmuz 2021

Bu tez çalışması 19.FEN.BİL.40 numaralı proje ileBAPK tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

GRAFENOKSİTNANOTANECİKLERİKATKILI ALÜMİNA
SERAMİK ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Emine ÇELMELİ

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILDIZ

İkinci Danışman
Prof. Dr. Atilla EVCİN

NANOBİLİM VE NANOTEKNOLOJİ
ANABİLİM DALI

Temmuz 2021

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

GRAFENOKSİT NANOTANECİKLERİ KATKILI ALÜMİNA SERAMİK ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Emine ÇELMELİ

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Nanobilim ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı

Danışman:Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILDIZ

İkinci Danışman: Prof. Dr. Atilla EVCİN

Bu çalışmada, yüksek saflığa sahip ticari alfa alüminasına %1, 2 ve 3 oranlarında grafen oksit katkılandırılması yapılmıştır. 200 bar basınç altında şekillendirilen numuneler 1300 °C’ de 4 saat sinterlemeye tabii tutulmuştur. Numuneler su emme, bulk yoğunluk, gözeneklilik ve basma testi ile karakterize edilmiştir ve SEM-EDX analizlerine tabii tutulmuştur. Grafen oksit ilavesi arttıkça su emme ve gözeneklilik değerlerinde azalmalar gözlemlenmiştir. Sinterleme süresi ve sıcaklığın etkisiyle porozitede azalmalar meydana gelmiştir. 3 nokta eğme mukavemet testi için %3 GO-NP katkılı numunelerde 372 MPa olarak gözlemlenmiştir.

2021, x + 55 sayfa

Anahtar Kelimeler:Grafenoksit, Alümina, Porozite.

ABSTRACT
M.Sc. Thesis

**PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF GRAPHENE OXIDE
NANOPARTICLES ADDITIVE ALUMINA CERAMIC**

Emine ÇELMELİ

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Nanoscience and Nanotechnology

Supervisor: Asst. Prof. İsmail YILDIZ

Second Advisor: Prof. Atilla EVCİN

In this study, graphene nanoparticles were doped with high purity commercial alpha alumina at 1, 2 and 3% ratios. The samples shaped under 200 bar pressure were subjected to sintering at 1300 °C for 4 hours. The samples were characterized by water absorption, bulk density, porosity and compression testing and subjected to SEM-EDX analysis. As the addition of graphene oxide nanoparticles increased, decreases in water absorption and porosity values were observed. The porosity decreased with the effect of sintering time and temperature. For the compression test, it was observed as 372 MPa in 3% GO-NP added samples.

2021, x + 55 pages

Keywords: Graphene oxide, Alumina, Porosity.

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam boyunca ilminden faydalandığım, birlikte çalışmaktan onur duyduğum ve ayrıca tecrübelerinden yararlanırken göstermiş olduğu hoşgörülerinden dolayı değerli hocalarım, Sayın Dr. Öğr. Üyesi İsmail YILDIZ'a ve Prof. Dr. Atilla EVCİN'e teşekkür ederim.

Tez dönemim boyunca yapılan analizlere ve alınan malzemelere destek olan 19.FEN.BİL.40 proje numarası ile maddi destek sağlayan BAPK'ya teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimim süresince öğrettikleri ile üzerimde emeği bulunan tüm hocalarıma teşekkür ederim.

Bu araştırma boyunca manevi desteklerinden dolayı yanımda olan Belkız ÇOŞKUN'a, İsmail GÜNDÜZ'e ve Harun KAYA'ya teşekkür ederim.

Bu araştırma boyunca maddi ve manevi desteklerinden dolayı aileme teşekkür ederim.

Emine ÇELMELİ
AFYONKARAHİSAR 2021

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

	Sayfa
ÖZET	ii
ABSTRACT	iv
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	vi
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xi
RESİMLER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR BİLGİLERİ	3
2.1 Toz Metalurjisi.....	3
2.1.1 Kısa Tarih	3
2.1.2 Toz Metalurjisini Kullanma Nedenleri.....	3
2.1.3 Toz Metalurjisinin Avantajları ve Dezavantajları	4
2.1.4 Fiziki Özellikleri.....	5
2.2 Sinterleme	7
2.2.1 Katı-Hal Sinterlemesi	10
2.2.2 Buhar Faz Sinterlemesi.....	10
2.2.3 Sıvı Faz Sinterlemesi	11
2.2.4 Reaktif-Sıvı Sinterlenmesi.....	12
2.2.5 Sinterlemeye Etki Eden Faktörler.....	13
2.2.6 Sinterleme Problemleri	14
2.3 Alümina	14
2.3.1 Alümina Üretim Süreçleri	14
2.3.2 Alümina Mineralleri	17
2.3.3 Alüminanın Fazları	18
2.3.4 Alüminanın Alfa ve Gama Fazlarının Dinamik Kararlılığı.....	19
2.3.5 Alümina (Al_2O_3) Özellikleri ve Uygulamaları	20
2.3.6 Alüminanın Kullanım Alanları	22
2.3.7 Alümina Bazlı Seramikler	23
2.3.8 Alümina Seramiklerin Bazı Uygulamaları	24
2.4 Grafen	24
2.4.1 Grafen Oksit	26

2.4.2 Grafen'in Kullanım Alanları	27
2.4.3 Grafenin Karakterizasyon Yöntemleri.....	28
3. MATERYAL ve METOT	29
3.1 GO-NP ve Alümina Tozların Özellikleri.....	29
3.2 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	31
3.2.1 Fırın	31
3.2.2 Pres	31
3.2.3 Hassas Terazî.....	32
3.2.4 SEM Cihazı	32
3.2.5 Kullanılan Diğer Cihazlar.....	33
3.3 Deneysel Çalışmalar	33
3.3.1 Karışım Hazırlama Aşaması.....	34
3.3.2 Şekillendirme Aşaması.....	35
3.3.3 Sinterleme Aşaması	36
3.3.4 Su Emme Testi	36
3.3.5 Bulk Yoğunluk	37
3.3.6 % Gözeneklilik Testi	38
3.3.7 Basma Testi	38
3.3.8 SEM-EDX Analizi.....	39
4. BULGULAR	40
4.1 Su Emme Testi.....	40
4.4 3 Nokta Eğme Mukavemet Testi	42
4.5 SEM-EDX Analizi	44
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	49
6. KAYNAKLAR.....	51
ÖZGEÇMİŞ.....	54

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

°C	Santigrat Derece
Al ₂ O ₃	Alüminyum Oksit
H ₂ SO ₄	Sülfirik Asit
HCl	Hidroklorik asit
H ₂ O ₂	Hidrojen Peroksit
NaNO ₃	Sodyum Nitrat

Kısaltmalar

DI	Deiyonize
EDX	Enerji Dağıtıcı x-Işını
GO	Grafenoksit
GO-NP	Grafenoksit Nanopartikül
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Elek analizi.....	5
Şekil 2.2 Bazı partikül şekilleri.	6
Şekil 2.3 Sinterleme sırasında, por morfolojisinin değişimi.	8
Şekil 2.4 İki boyutlu alümina tozlarının densifikasyonu, sinterleme başlangıcı, aramamül ve sonuç aşamaları.....	9
Şekil 2.5 Boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi.	10
Şekil 2.6 Buharlaştırma-kondenzasyonla sinterlemede ilk aşama.	11
Şekil 2.7 Sıvı-faz sinterlemesi ikili sistemler.....	11
Şekil 2.8 Sıvı-faz sinterlemesi.....	12
Şekil 2.9 Tozlar arasındaki sıvı damlası, temas bölgesinde basma kuvvetlerine neden olarak tozları bir arada tutar.	12
Şekil 2.10 Alümina üretimi için Bayer sürecinin akış şeması.....	15
Şekil 2.11 Petersen işlemi kullanılarak alümina üretimi için bir akış şeması.	16
Şekil 2.12 Nefelin sinterlenmesine dayalı alümina üretimi için akış şeması.	17
Şekil 2.13 Alüminyum hidroksitlerin değişimleri.....	19
Şekil 2.14 Alüminadaki Al ³⁺ iyonu etrafındaki oksijen düzenlemesinin şematik gösterimi.	21
Şekil 2.15 Karbon atomunun allotropları.	25
Şekil 2.16 Grafenin kullanım alanları.	27
Şekil 2.17 Grafenin SEM görüntüsü.	28
Şekil 2.18 Grafenin TEM görüntüsü.....	28
Şekil 3.1 Raman analizi.....	29
Şekil 3.2 SEM analizi.....	30
Şekil 3.3 Deneysel çalışmalar akım şeması.....	34
Şekil 4.1 % su emme grafiksel gösterimi.....	41
Şekil 4.2 Gözeneklilik sonuçları grafiksel gösterimi.....	42
Şekil 4.3 Bulk yoğunluk grafiksel gösterimi.....	43
Şekil 4.4 Nokta Eğme testi sonuçları grafiksel gösterimi.....	44
Şekil 4.5 Saf Al ₂ O ₃ (AG0) SEM görüntüsü.....	45
Şekil 4.6 %1 GO-NP katkılı Al ₂ O ₃ (AG1) SEM görüntüsü.....	46
Şekil 4.7 %2 GO-NP katkılı (AG2) Al ₂ O ₃ SEM görüntüsü.....	46
Şekil 4.8 %3 GO-NP katkılı (AG3) Al ₂ O ₃ SEM görüntüsü.....	47
Şekil 4.9 %1 GO-NP katkılı Al ₂ O ₃ (BG1) SEM görüntüsü.....	47

Şekil 4.10 %2 GO-NP katkılı Al_2O_3 (BG2) SEM görüntüsü.....	48
Şekil 4.11 %1 GO-NP katkılı Al_2O_3 (BG3) SEM görüntüsü.....	48
Şekil 4.12 3 Nokta Eğme testi sonuçları grafiksel gösterimi.....	49
Şekil 4.13 GONP katkılı alümina (AG3) EDX analiz görüntüsü.....	49



ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 Toz metalurjisi avantajları ve dezavantajları.	4
Çizelge 2.2 Çeşitli metallerin sinterleme sıcaklıkları ve süreleri.	7
Çizelge 2.3 Sinterleme mekanizmaları.	9
Çizelge 2.4 Sinterleme sırasındaki değişimler ve etkileri.	13
Çizelge 2.5 Alüminyum mineralleri.	18
Çizelge 2.6 Alüminanın özellikleri.	21
Çizelge 2.7 Sinterlenmiş α -alüminanın bazı özellikleri.	22
Çizelge 2.8 Korundumun yapısı ve kararsız alüminalar.	22
Çizelge 2.9 Tek katmanlı grafenin özellikleri.	25
Çizelge 3.1 Teknik özellikler.	29
Çizelge 3.2 Alümina teknik özellikleri.	30
Çizelge 3.3 Toz karışım oranları.	35
Çizelge 4.1 % su emme, % Gözeneklilik ve Bulk Yoğunluk ölçüm sonuçları.	41
Çizelge 4.23 nokta eğme testi ölçüm sonuçları.	44

RESİMLER DİZİNİ

	Sayfa
Resim 3.1 REFSAN marka fırın.	31
Resim 3.2 Pres.....	31
Resim 3.3 Hassas terazi.....	32
Resim 3.4 SEM cihazı.....	32
Resim 3.5 AND Marka Arşimet Terazisi.....	33
Resim 3.6 Presleme aşaması.	35
Resim 3.7 Preslenen numune görüntüsü.	35
Resim 3.8 Sinterleme aşaması numune görüntüleri.....	36
Resim 3.9 Su emme testi.....	37
Resim 3.10 Bulk yoğunluk testi numune görüntüsü.	38

1.GİRİŞ

Gelişen teknolojiler, düşük yoğunluğu sahip, fiziksel ve kimyasal ortamlarda dayanıklı, yüksek sıcaklıklarda özelliğini bozmadan kullanılması mümkün olan malzemeleri ön plana çıkarmıştır. Bu açıdan bakıldığında, günümüzde metal malzemelere göre daha yüksek sıcaklıklarda kullanılabilen sertlik ve aşınma direnci daha yüksek olan seramik malzemeler önemli hale gelmiştir.

Grafen hegzagonal olarak birbirine bağlanmış karbon atomlarının iki boyutlu nano tabakasının sağladığı geniş yüzey alanı, hafiflik, esneklik, mekanik ve biyouyumluluk özellikleri ile biyomedikal uygulamalar için gelecek vaadeden malzemeler arasındadır. Grafen iki boyutlu, tek atom kalınlığında bulunan ve bağ yapısı güçlü olan, elektrik iletkenliği iyi olan, optik, termal, elektrokimyasal ve mekanik özellikleri iyi olan bir malzemedir (Wenglong vd. 2019).

Günümüzde alümina seramik kullanımına olan ilgi artmaktadır. Alümina tozları seramik üretiminde geniş bir yer kaplar, teknik seramikler ile cam, buji ve devre altlık elde etmekte, geleneksel seramik üretiminde ve bioseramik üretiminde kullanılır. Seramik malzemelerin kullanım alanlarını arttırmanın bir yolu da kompozit malzeme olarak üretilmeleridir. Bundan dolayı Alümina seramikler günümüz uygulamalarında kullanılmaya başlanılan grafenoksit ile kompozit olarak üretilecektir. Üretilcek kompozit malzemelerle, biyoseramik malzemelerin özelliklerinde iyileşmeler yapılması düşünülmektedir.

Grafen esaslı kompozitler kök hücrelerinin osteojenik (kemik oluşumu) ve kondrojenik (kıkırdak oluşumu) farklılaşmasını neden olduklarından kemik onarımı veya rejenerasyonunda kullanıldığında büyük avantajlara sahiptir (Yoon vd. 2014). Diğer katkı malzemeleri ile karşılaştırıldığında, grafen düşük miktarda katkı ile kompozitin yüksek elastisite ve esneklik (düzenli veya düzensiz yüzeylere uyarlanabilirlik) gibi mekanik özelliklerini büyük ölçüde arttırabilmektedir. Son zamanlarda biyomalzeme araştırmacıları mekanik ve biyoaktiflik özelliklerini arttırmak amacıyla ortopedik uygulamalar için grafen esaslı hidroksiapatik bulk kompozit hazırlama olanakları

üzerine gerçekleştirdikleri çalışmalarda Gr takviyesinin arttırılmasıyla elastik modülü ve kırılma tokluğunu arttırdığı, biyouyumluluğa ise geliştirici etki yaptığını raporlamışlardır (Baradaran vd. 2014).

Alüminanın yüksek sertliği, elastik modülü ve aşınma direnci, yüksek korozyon direnci gibi iyi özelliklerinin yanı sıra anormal tane büyümesi, düşük eğme mukavemeti ve yavaş çatlak ilerlemesi gibi olumsuz özellikleri de görülmektedir. Uygulanacak katkı oranları ve üretim yöntemleri ile Alümina seramik malzemesinin mekanik özelliklerinin iyileşmesinde çok büyük katkı yapacaktır.



2. LİTERATÜR BİLGİLERİ

2.1 Toz Metalurjisi

Bir toz, maksimum boyutunda 1 mm'den küçük, ince bölünmüş bir katı olarak tanımlanır. Çoğu durumda tozlar metalik olacaktır, ancak çoğu durumda seramikler veya polimerler gibi diğer fazlarla birleştirilirler. Bir tozun önemli bir özelliği, nispeten yüksek yüzey alanı/hacim oranıdır. Parçacıklar, bir katı ve bir sıvı arasında bir ara davranış sergiler. Tozlar, kapları doldurmak veya boşlukları doldurmak için yerçekimi altında akacaktır, bu nedenle bu anlamda sıvı gibi davranırlar. Gaz gibi sıkıştırılabilirler. Bununla birlikte, bir metalin plastik deformasyonu gibi, bir metalin sıkıştırılması geri döndürülemez. Böylelikle bir metal tozu, işlemden sonra bir katının istenen davranışıyla kolayca şekillendirilir (Gülyüz 2010).

Toz metalurjisi, metal tozlarının üretimi, karakterizasyonu ve yararlı mühendislik bileşenlerine dönüştürülmesi dahil olmak üzere metal tozlarının işlenmesi üzerine yapılan çalışmadır (German2007).

2.1.1 Kısa Tarih

Seramik, un, tuz, şeker, mineral tozlardır. Metal tozlarının kullanımı dünyanın çeşitli yerlerine kadar izlenmiştir. Mısır'da demir tozu kullanımı MÖ 3000'lere kadar uzanıyor. Örneğin, Hindistan'daki Delhi Sütunu olup, yaklaşık 300 A.D'ye dayanmaktadır. Bu sütun 6,5 ton indirgenmiş demir tozundan yapılmıştır. Modern toz metalurjisi çağı, Edison için dayanıklı bir lamba filamenti geliştirmek için tungsten tozu kullanan Coolidge'e kadar uzanmaktadır (German 2007).

2.1.2 Toz Metalurjisini Kullanma Nedenleri

Birçok özellik toz metalurjisinin başarısına katkıda bulunur. Toz metalurjisinin başarısına katkıda bulunan üç ana kategori vardır. Dairelerin kesişimi, gelecekte toz metalurjisini

uygulamak için ideal bir alanı temsil etmektedir.

Tutsak uygulamalar, diğer tekniklerle işlenmesi oldukça zor olanlardır. İdeal örnekler, eritmenin pratik olmadığı reaktif ve refrakter metallerdir.

Benzersiz özellik örnekleri arasında gözenekli metallar; oksit dispersiyonu güçlendirilmiş alaşımlar, sermetler (seramik-metal kompozitler) ve semente karbürlerdir. Bu benzersiz mikro yapıların diğer tekniklerle üretilmemesi, toz metalurjisi kullanmanın başka bir nedenidir (Güleryüz 2010).

Son olarak, karmaşık parçaların ekonomik üretimine dayanan birçok uygulama vardır. Otomotiv endüstrisi bu alanın güzel örneklerini sunuyor.

2.1.3 Toz Metalurjisinin Avantajları ve Dezavantajları

Çizelge 2.1Toz metalurjisi avantajları ve dezavantajları.

Avantajlar	Dezavantajlar
Karmaşık şekiller oluşturma yeteneği	Toz üretim maliyeti
Yüksek mukavemet özellikleri	
Düşük malzeme atığı	Şekillerin karmaşıklığını sınırlama
İyi mikroyapı kontrolü	Sinterleme sırasında boyut değişikliği
İşlemeyi ortadan kaldırır veya en aza indirir	Potansiyel iş gücü sağlık sorunları
Yakın boyut toleranslarını korur	
Özellikleri ve boyutları kolayca kontrol edilir	
Çok çeşitli alaşımlar	
Seri üretim	
Maliyet ve enerji açısından verimli	

Toz metalurjisi ile üretilen malzemelerin avantajları olduğu kadar dezavantajları da

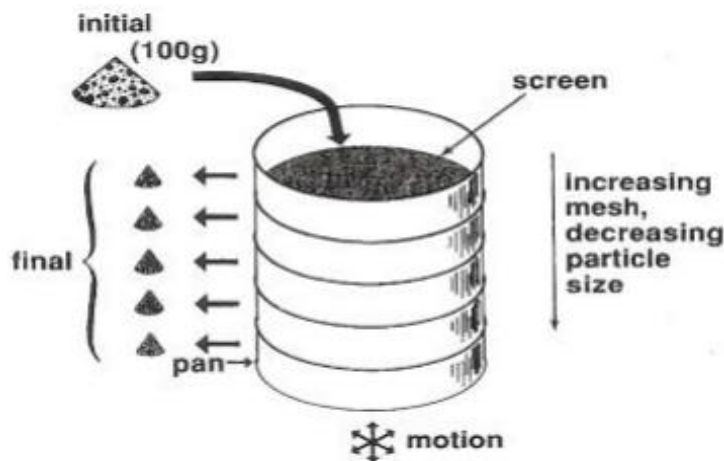
vardır. Bunların iyi anlaşılması, özel bir uygulamada toz metalurjisi kullanımının olup olmadığına karar vermek için gereklidir. Çizelge 2.1 toz metalurjisinin ana avantajlarını ve dezavantajlarını özetlemektedir.

2.1.4 Fiziki Özellikleri

Parçacık büyüklüğü ve ölçüm teknikleri; parçacık boyutu ve ortalama bir parçacığın boyutlarının nominal bir göstergesidir. Ölçüm tekniğine, ölçülen parametreye ve parçacık şekline bağlıdır. En yaygın ölçüm tekniklerinden ikisi aşağıda açıklanmıştır.

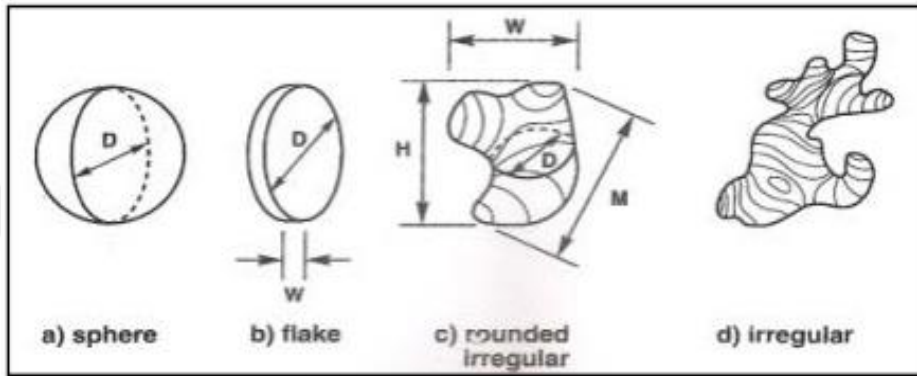
Mikroskopi yöntemi, gözün bir mikroskopta dağılmış parçacıkları hızla boyutlandırma yeteneğini kullanan parçacık boyutlandırması için yaygın olarak uygulanan bir tekniktir. Taramalı elektron mikroskobu, yüzey topografyasını gösterdiğinden ve kompozisyon analizi için x-ışınları sağlayabildiğinden avantajlıdır. Çap, uzunluk, yükseklik veya alanın mikroskobik olarak sayılmasıyla bir frekans dağılımı oluşturulabilir. Dağılım, seçilen parçacık boyutunun göreceli frekansını kaydedecektir (Güleryüz 2010).

En yaygın kullanılan yöntem, farklı ağ boyutlarına sahip eleklerdir. Kafes boyutunu belirtmek için en yaygın kural, inç başına tel sayısına dayanır. Elek analizi, azalan ağ açıklıklarına sahip bir dizi elekten oluşur. Şekil 2.1'de gösterildiği gibi.



Şekil 2.1 Elek analizi (Güleryüz 2010).

Parçacık şekli, paketleme, akış ve sıkıştırılabilirliği etkiler ve birçok işleme özelliğini açıklamaya yardımcı olur. Şekil 2.2’de parçacık şekillerinin bir koleksiyonunu verilmiştir. Parçacık şekli, boyut ve üretim tekniğine göre değişir. Gaz veya hava atomizasyonu daha yuvarlak parçacıklar ve düzensiz şekiller üretir. Düzensiz parçacık şekli, dış dairenin çapının eşdeğer küresel çapa oranıyla da ifade edilebilir(Güleryüz 2010).



Şekil 2.2 Bazı partikül şekilleri (Güleryüz 2010).

Sinterleme, katı haldeki atomik taşıma olayları ile erime noktasının altındaki yüksek sıcaklıklarda partiküllerin birbirine bağlanmasıdır, ancak birçok durumda bir sıvı fazın oluşumunu içerir. Parçacıklar, tozla ilişkili yüksek yüzey enerjisini ortadan kaldıran atomik hareketlerle sinterlenir. Birim hacim başına yüzey enerjisi, parçacık çapının tersine bağlıdır. Yüksek özgül yüzey alanlarına sahip daha küçük parçacıklar daha fazla enerjiye ve daha hızlı sintere sahiptir.

Temas halinde olan iki küresel parçacığı düşünün. Toz kompaktlarda, her partikülde bu tür birçok temas vardır. Temas eden parçacıklar arasındaki bağlarda, sinterleme ilerledikçe büyüme ve birleşmeler gözlenir. Tüm temas noktalarında, katı buhar ara yüzünün yerini alacak şekilde bir partikül sınırı büyür.

Bir nokta teması ile başlayan sinterleme sırasında parçacıklar arasındaki bağın geliştirildiği iki küre sinterleme modeli vardır. Boydaki büyüme, partikül temasında yeni bir partikül sınırı oluşturur ve eğer zaman yeterliyse, sonunda tek bir büyük

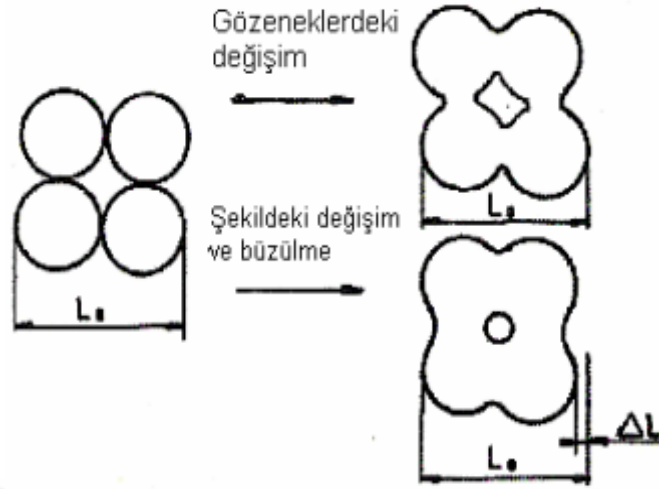
partikül halinde birleşen ve nihai çapı orijinal çapın 1,26 katına eşit olan iki partikül oluşur(German 2007).

Çizelge 2.2Çeşitli metallerin sinterleme sıcaklıkları ve süreleri (German 2007).

Malzeme	Sıcaklık (°C)	Zaman (dk)
Bakır, pirinç ve bronz	760-900	10-45
Demir ve demir-grafit	1000-1150	8-45
Nikel	1000-1150	30-45
Paslanmaz çelik	1100-1290	30-60
Alniko alaşımları	1200-1300	120-150
Ferritler	1200-1500	10-600
Tungsten karbür	1430-1500	20-30
Molibden	2050	120
Tungsten	2350	480
Tantal	2400	480

2.2 Sinterleme

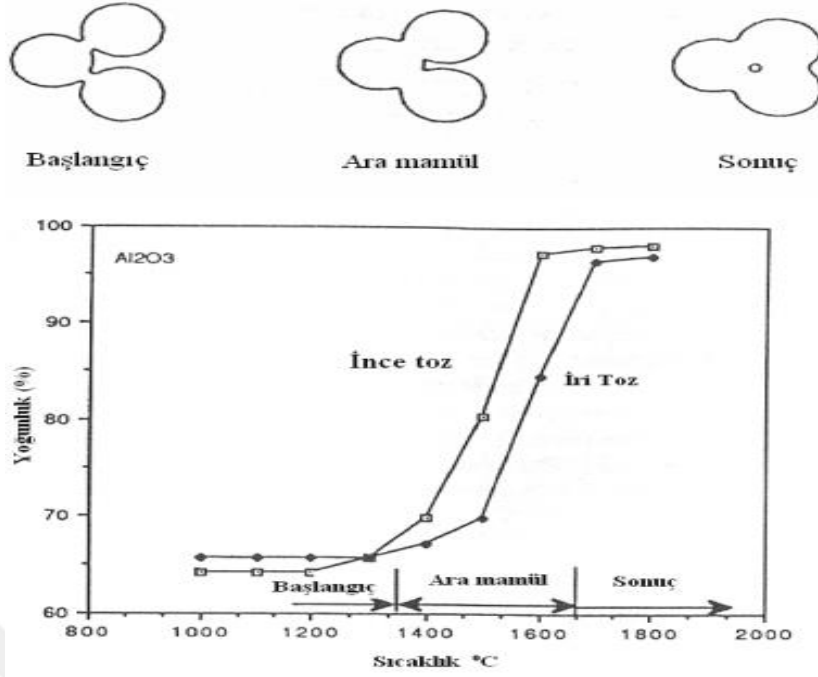
Seramik tozlarına şekil verilirken tozlar sıkışma yaparak malzeme içindeki gözeneklilik miktarında azalma görünür. Kurutma işlemi yardımıyla da bu gözeneklilik tamamen azalır. Fakat, numune hala sıkı halde bulunmaz. Toz aralıklarında hala gözenekler bulunur. Seramik malzemeleri genelde %25-60 aralığında gözenekliliğe sahiptir. Saydamlık, dayanıklılık ve ısı iletimi özellikleri için malzeme bünyesinde ki gözenekliliğin giderilmesi gerekir (Yıldırım 2002). Sinterleme işlemi, pres ile şekillendirilerek elde edilen numuneye uygulanan ısıl işlemdir. Pişme sırasında yayılma hızı arttığından kendi aralarında temas eden tozlarda basınç etkisi, ısı etkisi ve atom yayılımıyla tozlar birbirine daha fazla bağlanır. Böylelikle densifikasyon sağlanmış olur ve gözeneklilik miktarında azalma olur. Bu sırada por şeklinde küreselleşmeler meydana gelir. Normal bir sinterleme işleminden sonra malzemede gözeneklilik tamamıyla yok olur ve numune kompakt bir hal alır. Sinterleşme sırasında gözeneklilik ile porun değişimi ve tozların birbirlerine bağlanmaları şekil 2.3’de verilmiştir (Yıldırım 2002).



Şekil 2.3Sinterleme sırasında, por morfolojisinin değişimi (Yıldırım 2002)

Şekil 2.4’de iki değişik boyutta alümina tozlarının dağılımı için farklı sıcaklıklarda 4 saat sonunda meydana gelen pişirme yoğunluğu verilmiştir. Öncelikle düşük yoğunluk değerine sahip ufak tozlar artan yoğunluklarda ve düşük sıcaklık altında sinterlemeye tabii tutulur. Çünkü yüzey alanları yüksek özelliktedir. Bu basit bir şekilde sinterlemeye gerekli olan hareket kuvveti, düşük enerjiye sahip katı-katı ve katı-hava interfaz evrelerinin meydana gelmesiyle birlikte tozların yüzey enerjilerinin azalmasından dolayıdır (Öztürk 2007).

Sinterleme aşaması bütünüyle, numunenin taşınmasını kapsar ve ilk olarak yüzeysel ve hacimsel olarak atom yayılmasıyla beraber viskoz akışını kapsamaktadır. Malzeme taşımını kolay bir şekilde gerçekleştirmek için bu proses artan sıcaklıklarda meydana getirilir. Sinterleme aşamasını destekleyen itici güç serbest yüzey enerjisinde meydana gelen azalmalardır. Çizelge 2.3’de sinterleme mekanizmaları verilmiştir (Yıldırım 2002).



Şekil 2.4İki boyutlu alümina tozlarının densifikasyonu, sinterleme başlangıcı, aramamül ve sonuç aşamaları (Yıldırım 2002).

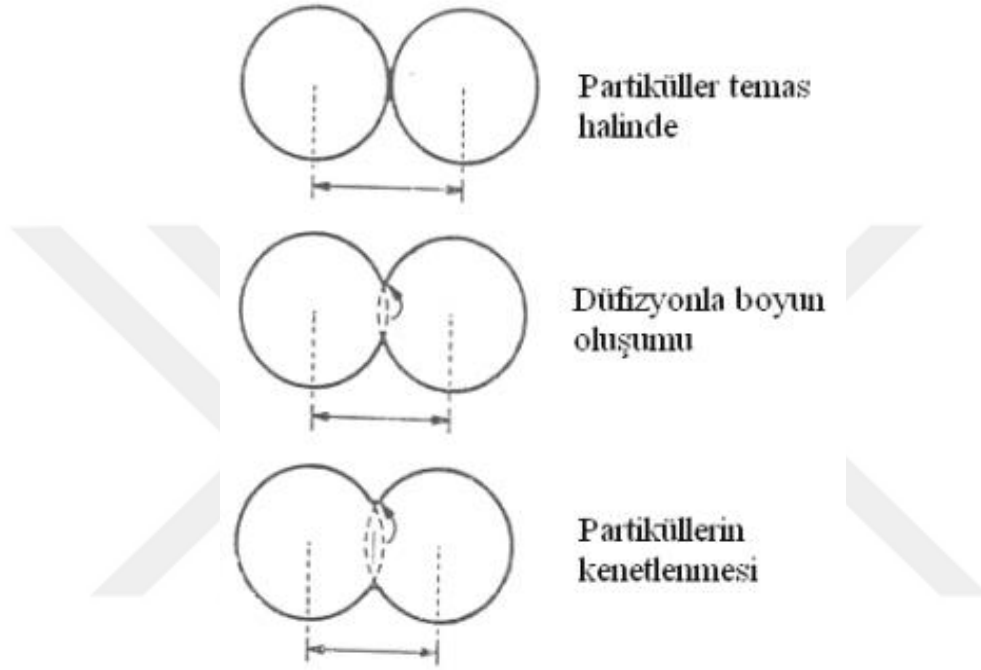
Çizelge 2.3Sinterleme mekanizmaları.

Sinterleme Tipi	Taşıyım Mekanizması	İtici Enerji
Buhar fazı	Buharlaşıma/Süblüstasyon	Buhar basıncındaki fark
Katı hal	Yayınma	Serbest enerjideki fark
Sıvı hal	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi, kapiler basınç
Reaktif sıvı	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi, kapiler basınç

Sinterleme işlemine uğrayan numunenin çoğu özelliğinde değişimler meydana gelir. Seramik malzemelerde genellikle iletkenlik, yoğunluk ve mukavemetlerinde artmalar meydana gelir (Avcı 1996).

2.2.1Katı-Hal Sinterlemesi

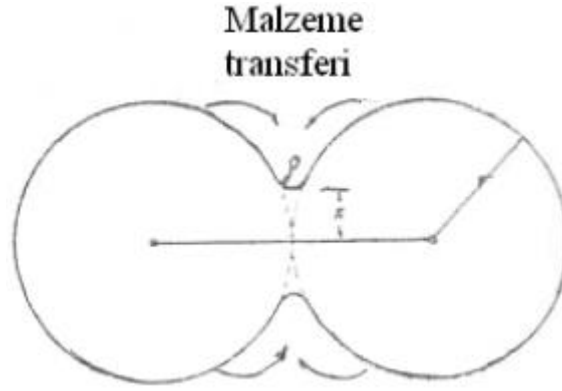
Yayınmayla beraber malzemedeki taşınımı kapsar. Bu aşama için lazım olan itici güç, toz yüzeyi arasında oluşan serbest enerjinin boyun bölgesiyle farkından oluşur. Şekil 2.5’de katı hal sinterlemesi verilmiştir (Yıldırım 2002).



Şekil 2.5Boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi (Yıldırım 2002).

2.2.2Buhar Faz Sinterlemesi

Bu sinterleme yöntemi yalnızca bazı sistemlerde önemlidir. Bu yöntemde itici güç yüzeyde oluşan yamukluktan dolayı buhar basıncında oluşan farktan meydana gelir. Öte yandan temasta bulunan tozların boyun bölgesinde oluşan yamukluk çapı negatif değerdedir ve burada bulunan buhar basıncı azdır. Şekil 2.6’da çökelmeyle ve buharlaşmayla oluşan sinterlemenin aşamaları verilmiştir. Porların morfolojisinde bu yöntem ile değişiklik meydana gelebilir. Ancak densifikasyon olayı meydana gelmez (Yıldırım 2002).



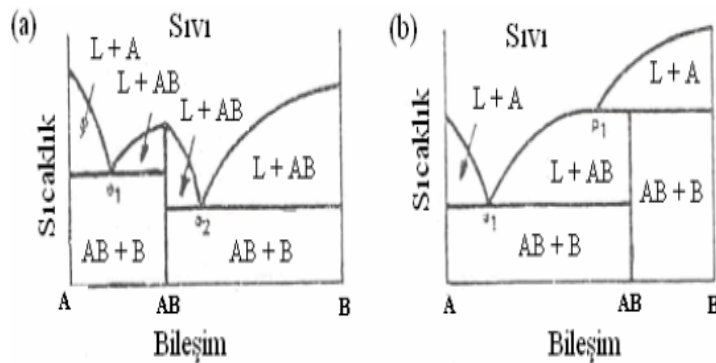
Şekil 2.6 Buharlaşıma-kondenzasyonla sinterlemede ilk aşama (Yıldırım 2002).

2.2.3 Sıvı Faz Sinterlemesi

Ergime sıcaklığı düşük olan ve yüksek olan tozlarda sinterleme esnasında meydana gelen bu yöntem ergime sıcaklığı düşük olan toz taneciklerinin ergime göstererek katı partiküllerin etrafına dolanması ve oluşan sıvı köprünün desteğiyle beraber oluşmasıdır. Bu proses üç farklı aşamadan meydana gelmektedir. Bunlar;

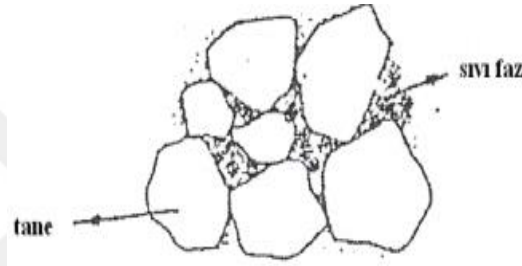
- sıvı akımıyla tekrardan düzenlenme,
- çözünme ve tekrardan çökelme,
- katı-hal sinterleme prosesidir(Ercenk 2005).

Bu proses, genellikle silikat sistemlerine uygulanır. Bu sistemde meydana gelen sıvı faz oranları faz diyagramından görülebilmektedir. Şekil 2.7’de bu yöntemin uygulanabileceği faz diyagramları gösterilmiştir (Yıldırım 2002).



Şekil 2.7 Sıvı-faz sinterlemesi ikili sistemler.

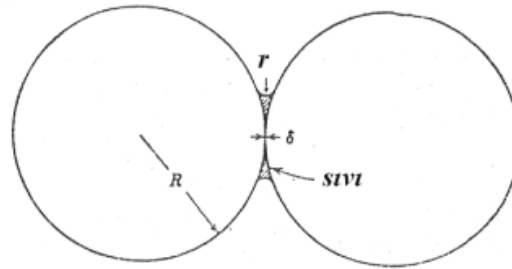
Bu yöntemde pres uygulanan tozlar sıcaklık altında sinterlenir. Sıvı fazın meydana gelmesiyle beraber büzülme oluşur. Bu sırada katı tanecikler sıvı faz bünyesinde bir düzen oluşturur. Sıvı faz oranı hep en düşük şekilde belirlenir ve bu oran %20'yi aşmaz. Bu yöntemde ıslatma açısı da olabildiğince düşük tutulur. Bu sinterleme yönteminde seramik tanecikleri azalan sıcaklıklarda ve az sürelerde sinterlenebilir. Bu duruma istinaden bu proses ile oluşturulan numuneler çok yüksek sıcaklıklar altında kullanılmaz. Refrakter özelliğe sahip değildirler. Sıvı faz sinterleme yöntemi şekil 2.8'de gösterilmiştir (Ercenk 2005).



Şekil 2.8 Sıvı-faz sinterlemesi (Ercenk 2005).

2.2.4 Reaktif-Sıvı Sinterlenmesi

Reaktif sıvı sinterleme yöntemi sıvı faz sinterlemesine benzemektedir. Ama sıvı genel olarak kaybolmaktadır. Bu yöntem katı fazın sıvı bünyesinde belirli oranlarda çözündüğü sistemlerde kullanılır. Reaktif sıvı sinterlemesinde sıvı haldeki negatif yamukluk yarıçapı, katı tanelere oranla negatif olan bir basınç oluşturur ve tozları birleştirir (Yıldırım 2002).



Şekil 2.9 Tozlar arasındaki sıvı damlası, temas bölgesinde basma kuvvetlerine neden olarak tozları bir arada tutar.

2.2.5 Sinterlemeye Etki Eden Faktörler

Çizelge 2.4Sinterleme sırasındaki değişimler ve etkileri.

Sinterleme Esnasındaki Değişim	Proses Etki
Partikül boyutundaki azalma	Hızlı sinterleme
	Yüksek mukavemet
	Yüksek empürite
	Artan sağlık tehlikesi
Süredeki artış	Yüksek maliyet
	Tane büyümesi
	Üretimin yavaşlaması
Sıcaklıktaki artış	Yüksek yoğunluk
	Hızlı sinterleme
	Termal ayrışma
	Tane büyümesi
	Yüksek maliyet
	Fırın limiti
Ham yoğunluktaki artış	Gözenek kabalaşması
	Daha az büzülme
Alaşım elementi katkısı	Yüksek mukavemet
Sinterleme katkılarındaki artış	Düşük mukavemet
	Düşük sinterleme sıcaklığı
	Hızlı yoğunlaşma
	Yüksek ham yoğunluk
	Distorsiyon
	Tane büyümesi

Sinterleme aşamasını sıcaklık, süre, toz tanecik boyu, yoğunluk, fırın içerisinde bulunan koruyu atmosfer bileşimleri ve toz karışım bileşimleri etkiler. Çizelge2.4’de sinterleme sırasındaki değişim ve etkiler gösterilmektedir (Ataş vd. 2001).

2.2.6 Sinterleme Problemleri

Sinterleme sırasında birçok problemle karşılaşılabilir. Bu problemler, aşırı bir şekilde yanma, çökelme, bağlayıcı malzemesinin yanması ve benzeri problemlerdir. Pişme esnasında meydana gelen kusurların bazıları sinterleme aşamasına kadar uygulanan yöntemlerden kaynaklı olabilir (Öztürk 2007).

Soğuk numuneler fırın içerisinde fazla miktarda bünyesinde su buharı barındıran gazlarla ya da düşük sıcaklıklarda nemli havayla beraber ısıtılması bünyede çatlamlar meydana getirir. Numune yüzeyine yoğunlaşan buhar, numune üst yüzeylerinde yumuşama meydana getirir. Bu esnada numune ısıtıldıktan sonra sıvının hızlı bir şekilde buharlaşmasından dolayı çatlak oluşumu görülür (Öztürk 2007).

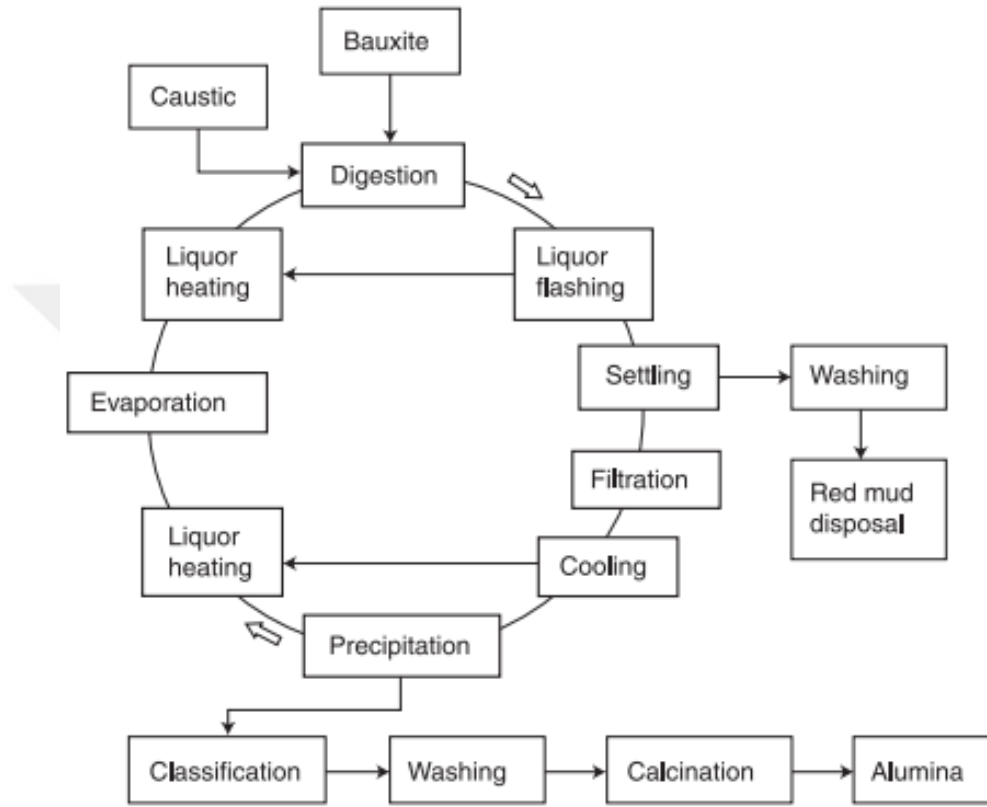
Kükürt bileşikli yakıtlar ile fırın ısıtılırken fırın içerisinde bünyesinde SO_2 ve SO_3 bulunduran yanıcı gazlar meydana gelir. Yanıcı gazlar numunenin neminden meydana gelen buharla beraber sülfirik aside dönüşüm sağlarlar. Çamur bünyesinde yer alan kalkın kalsiyum sülfata dönüşümünü bu asit sağlar. Bu ise malzeme üzerinde beyaz lekeleri meydana getirir. Bu aksiliklerin meydana gelmemesi için malzeme fırın içerisine kuru bir şekilde koyulmalıdır. Ayrıca fırın içine konulan malzemenin sıcak havayla kurutulması gerekmektedir (Öztürk 2007).

2.3 Alümina

2.3.1 Alümina Üretim Süreçleri

1887'de Karl Bayer'in patentinde açıklanan işlem, birincil hammadde olan alüminanın büyük ölçekli üretimine ucuz bir yol sağlayarak alüminyum için üretim döngüsünün tamamlanmasında çok önemli olduğunu kanıtladı. İronik bir şekilde, Bayer'in ilgisi, alüminanın pamuğun boyanmasında sabitleme maddesi olarak kullanıldığı tekstil endüstrisine tedarik edilmesi idi. Bayer'in keşfi, gibsit ($Al(OH)_3$)'ün, asit solüsyonlarının nötrleştirilmesinden daha yararlı bir kristalin formda alkali solüsyondan çökeldiği idi. Böylece boksitin sıcak kostik çözeltilerde sindirilmesi, demir ve silikanın çoğunu içeren

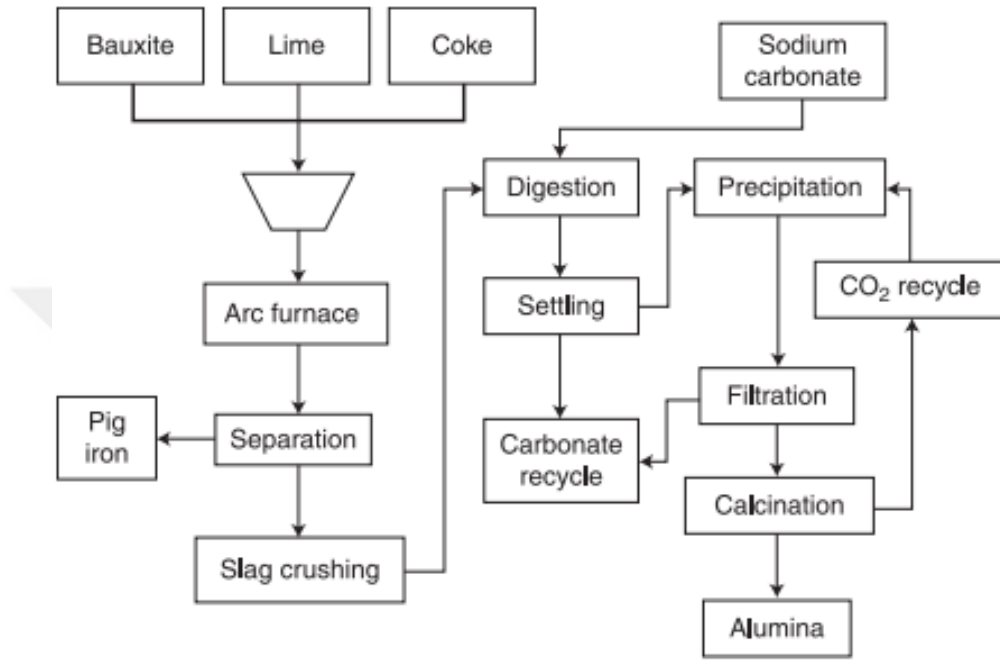
çözülmemiş kırmızı çamurdan ayrılması ve çökelmiş gipsitin filtrasyonu ve kalsinasyonu hızla standart alümina üretim yöntemi haline geldi. Bu sürecin şeması Şekil 2.10'da gösterilmektedir ve Bayer'in orijinal konsepti büyük ölçüde değişmeden kalır (Metson 2011).



Şekil 2.10 Alümina üretimi için Bayer sürecinin akış şeması (Metson 2011).

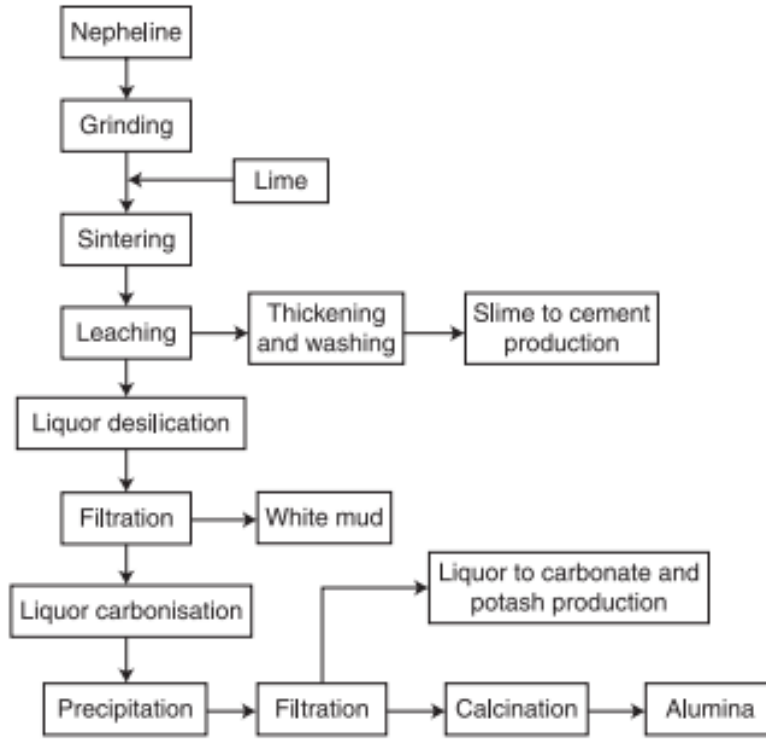
Düşük dereceli ve özellikle diasporik (AlOOH) cevherleri barındıran cevherler, Çin'de kireç ile ön arıtma ve Kireç-Bayer işlemi gibi kombine işlemlerle birlikte sindirimden önce ve sonra arıtma varyantları getirmiştir. Belirli boksit cevherlerini işlemek için küçük ölçekte başka işlemler de kullanılmıştır. Pedersen Süreci tipik boksitlerden daha düşük $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ oranına sahip laterit cevherlerinin işlenmesine dayanmaktadır. Bu tür cevherlerin kireç ve kok ile eritilmesi, bir pik demir ürünü ve bir kalsiyum alüminat cürufu üretir. Özellikle uygun hacimde genişleyen faz değişikliğinden dolayı soğuduktan sonra parçalanarak cüruf, daha sonra bir sodyum alüminat likörü oluşturmak için sodyum karbonat ile süzülür. Gipsit daha sonra bu likör akımında karbondioksit enjeksiyonu ile üretilir. İşlemin basitliği ve demir yan ürününün değeri, demir açısından

zengin cevherler için bu seçeneği ilgi çekici hale getirmiştir ve böyle bir tesis, Norveç'te 40 yıldan fazla bir süredir küçük ölçekte işletilmektedir. Zaman zaman yüksek çelik fiyatları, sürecin uygulanabilirliğinin yeniden incelenmesini gerektiriyor, ancak bu, şuanda geleneksel Bayer süreci ile rekabet etmiyor (Metson 2011).



Şekil 2.11 Petersen işlemi kullanılarak alümina üretimi için bir akış şeması (Metson 2011).

Nefelin (Na, K) $AlSiO_4$ 'ün işlenmesi, özellikle Rusya'da alümina üretimi için de kullanılmıştır. Mineral konsantresi kireçtaşı ile sinterlenir ve alkali tüp sindirimi ve sonraki işlemlerden sonra elde edilen likör otoklavlanır ve elde edilen filtre keki alümina üretmek için kalsine edilir (Şekil 2.12). Bu sürecin ekonomisinin anahtarı yine yan ürün akışlarının değeridir. Tüp sindiriminden gelen tortu bir çimento fırınına beslenirken, alümina filtrasyonundan gelen sıvı da yüksek saflıkta potasyum ve sodyum karbonatlar verecek şekilde işlenir. 3,9–4,2 mt nefelin cevherinin işlenmesinin 1 mt Al_2O_3 , 0,6–0,8 mt soda, 0,2–0,3 mt potas ve 9–10 mt Portland çimentosu verdiğini tahmin etmektedir (Metson 2011).



Şekil 2.12Nefelin sinterlenmesine dayalı alümina üretimi için akış şeması.

2.3.2Alümina Mineralleri

Günümüz için doğada 250 tür alüminyum minerali bulunmaktadır. Bu minerallerin %40'ını alüminyum silikat oluşturmaktadır. Alümina genellikle hidroksit karışımından elde edilen boksitten meydana gelmektedir. Boksit hidroksit minerallerinin (böhmit, diaspor, gibsit) karışımıyla elde edilir (İpek 2005). Oksit ve silikat karışımlarıyla meydana gelen korund, bünyesi çok dayanıklı olduğundan dolayı alüminyum eldesinde ihtiyaç duyulmaz. Değişik alüminyum mineralleri ve özellikleri çizelge 2.5'de gösterilmiştir (Taşkın 2005).

Çizelge 2.5Alüminyum mineralleri.

	Adı	Formül	%Al	%Al ₂ O ₃
A)	Boksit			
	Mineralleri			
	Korund	α -Al ₂ O ₃	52,9	100
	Gibsit	γ -Al ₂ O ₃ .3H ₂ O	34,6	65,4
	Diasporit	α -Al ₂ O ₃ .H ₂ O	45	85
	Böhmit	γ -Al ₂ O ₃ .H ₂ O	45	85
B)	Alunit	K ₂ O.3Al ₂ O ₃ .4SO ₃ .6H ₂ O	19,6	85
C)	Alum			
	Mineralleri			
	Alumojel	Al ₂ O ₃ .4SO ₃ .6H ₂ O	15,8	29,8
	Aluminit	Al ₂ O ₃ .SO ₃ .9H ₂ O	15,7	29,7
	Kainit	K ₂ SO ₄ .Al ₂ (SO ₄) ₃ .2H ₂ O	5,7	10,8
	Halotrikit	FeSO ₄ .Al ₂ (SO ₄) ₃ .24H ₂ O	5,8	11

2.3.3Alüminanın Fazları

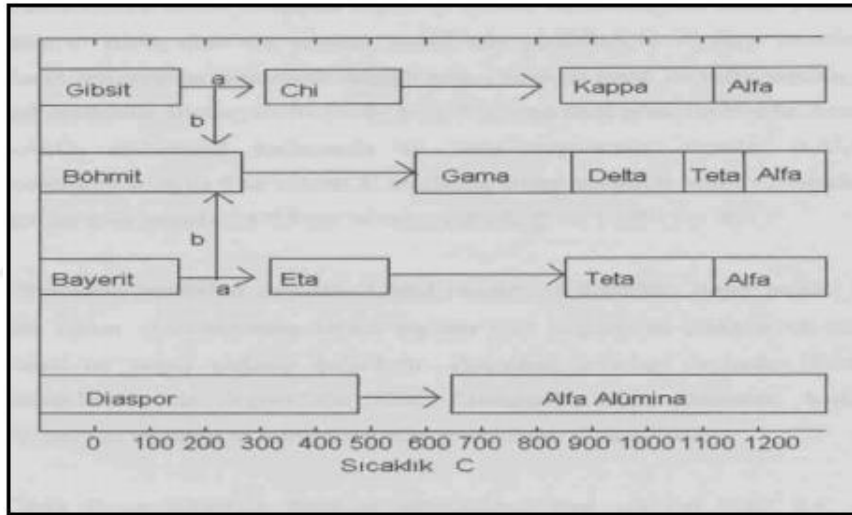
Yer kabuğunun belirli bir oranı alüminadan meydana gelmektedir. Birincil püskürük kayaç ve ikincil birikintiler bünyesinde alümina bulundurulur. Serbest alümina kolay bir şekilde elde edilemez. Genellikle bu mineraller hidratlardan meydana gelir (Özdemir, 2004). Alüminyum hidroksit 250-1150 °C’lerde dehidroksilasyon edilmesiyle alümina meydana gelir (Birol vd. 2006).

Aktif alümina, su emme ve kataliz aşamalarında önemli bir kullanım alanına sahiptir. Bu aşamalarda kullanımını yüksek poroz yapısı, yüzey alanı ve yüzey kimyası sağlamaktadır. Aktif alümina, alüminyum hidroksitin ısıya tabii tutulup içindeki suyun buharlaştırılmasıyla meydana gelir. Düşük sıcaklık altında χ , η , γ , ρ ve artan sıcaklıklarda ise δ , κ , θ kristal yapıları alüminalar oluşur. Günümüzde bu geçişlerin hepsi aktif alümina şeklinde isimlendirilir. γ ve η halleri bünyede beraber mevcutsa XRD analizi ile bunlar birbirinden ayırt edilemezler, bundan dolayı gama/eta şeklinde

isimlendirilirler (Birol vd. 2006).

Alümina tabiatta yakut, safir, korund ve emary saf fazlarında bulunur. Al_2O_3 'ün α fazından oluşmaktadırlar. Korund bünyesinde Fe_2O_3 , TiO_2 , Cr_2O_3 ve SiO_2 barındırır. Hegzagonal rambohedral yapısında gama Al_2O_3 'de kristelleşme meydana gelir (Özdemir 2004).

Şekil 2.13'de alümina fazlarının alfa-alüminaya geçişi verilmektedir. Bu geçişler alüminyum hidroksitin ısıya tabii tutulmasıyla meydana gelir. Şekilde gösterildiği gibi geçişlerin hepsi gibsitte meydana gelmektedir (Birol vd. 2006). Alüminyum oksit çeşitli polimorfik cinslere sahiptir. En kararlısı korundumdur (İpek 2005).



Şekil 2.13 Alüminyum hidroksitlerin değişimleri (İpek 2005).

2.3.4 Alüminanın Alfave Gama Fazlarının Dinamik Kararlılığı

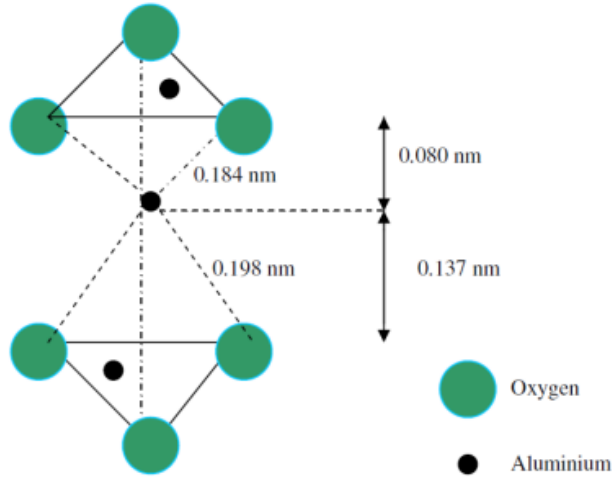
Alümina, büyük sertliği, yüksek termal kararlılığı ve kimyasal inertliği nedeniyle son derece önemli bir malzemedir. Bu özellikler, katalitik ve kaplama endüstrilerindeki uygulamalara yol açar. Alüminyum oksit (Al_2O_3), geniş bir sıcaklık aralığında stabil olan çeşitli yapısal polimorflarda bulunur. En kararlı α -alüminanın yanı sıra, çeşitli sözde geçiş fazları vardır. Bu fazlar (g, h, d, u olarak ifade edilir) genellikle bir oksitin korundumundan önce oluşur. Dehidrasyon süreci ile elde edilir ve 1100 °C'ye kadar çok

stabildir. $G \rightarrow d \rightarrow u \rightarrow a$ sekansı, alümina hidroksitten elde edildiğinde sıcaklık arttıkça meydana gelir (boehmit). Tüm geçiş fazları, stabilite sınırına kadar korunan $150 \text{ m}^2/\text{g}$ 'den yüksek yüzey alanı ile çok düşük kristallik derecesine sahiptir. Öte yandan, α fazı genellikle tek kristalleri oluşturur. Geçtiğimiz yıllarda, alüminanın doğası, özellikleri ve geçiş sırasının anlaşılmasına yönelik muazzam bir bilimsel çaba odaklanmıştır. Buna rağmen birçok soru hala cevapsız bırakılıyor. Özellikle şaşırtıcı olan, geçiş aşamalarının kararlılığıdır (Lodziana vd. 2003).

Geçiş alüminalarının atomik yapısının detayları hala tartışılıyor olsada, 1,4–6 g, d ve h fazlarının kusurlu bir spinel yapıya sahip olduğu konusunda bir fikir birliği var gibi görünmektedir. Geçiş aşamalarındaki oksijen atomları, hafif bozulmuş bir fcc alt örgü şeklinde düzenlenirken, katyonlar oktahedral ve tetrahedral alanlar arasında dağıtılır. Korundun ve geçiş fazları arasındaki temel yapısal farklılıklar, oksijen alt örgüsünün hcp yapısı ve alüminyumun bir fazdaki tek oktahedral koordinasyonudur (Lodziana vd. 2003).

2.3.5 Alümina (Al_2O_3) Özellikleri ve Uygulamaları

Alümina, silisli minerallerin yaygın bir bileşenidir. Genellikle safir ve yakut formunda tek kristal halinde ve hidratlanmış oksit, boksit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) gibi büyük tortularda oluşur. Bayer süreci, α -alüminanın endüstriyel üretimi için kullanılan ana tekniktir. Diğer oksitlerle doğal olarak kirlenmiş olan boksit, Bayer işleminde başlangıçmalzemesi olarak kullanılır (Moulson vd. 1990). Bu, hammadde hazırlama, sindirme, arıtma, çökeltme ve kalsinasyonu içerir. Alümina seramiklerinin üretimi için pratik olarak tüm toz bu teknik kullanılarak hazırlanır. Daha saf bir alümina ürünü, amonyum şapı ($\text{NH}_4 \cdot \text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) hazırlanarak yapılabilir (Liu 2011). Alüminyum oksit arasında γ -alümina, termal olarak en kararlı fazdır. Örneğin, γ -alümina 1000°C 'nin üzerinde α -alüminaya dönüşecektir. α -alümina, Şekil 2.14'de şematik olarak gösterildiği gibi, altıgen bir yapıya ve birim başına iki alümina molekülüne sahiptir. Üç oksijen, üçgenin merkezinin üstünde ve altında alüminyumlarla bir eşkenar üçgen oluşturur. Bu gruplardan biri küpün her köşesine, diğeri küpün ortasına yerleştirilir.



Şekil 2.14 Alüminadaki Al^{3+} iyonu etrafındaki oksijen düzenlemesinin şematik gösterimi.

Alümina seramik, en çok çalışılan ve kullanılan ileri seramik malzemelerden biridir. Çizelge 2.6, alüminanın özelliklerini göstermektedir. Sinterlenmiş α -alüminanın bazı seçilmiş özellikleri çizelge 2.7'de gösterilmektedir. Listelenen α -alüminanın saflığı en az %99,5'tir ve yoğunluk teorik yoğunluğun en az % 98'idir. Nominal tane boyutu normalde 5 μm 'dir. Kararlı alüminanın (korindon) ve kararsız alüminaların yapıları ve kafes parametreleri çizelge 2.8'de listelenmiştir.

Çizelge 2.6 Alüminanın özellikleri.

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/m^3)	3.9
Erime sıcaklığı ($^{\circ}C$)	2050
Gerilme direnci (Kpsi)	54
Elastik modül ($psi \cdot 10^6$)	46
Kırılma tokluğu ($MPa \cdot m^{1/2}$)	4.3
Termal genleşme katsayısı ($10^{-6}/^{\circ}C$)	7.2
Termal iletkenlik ($W/m^{\circ}K$)	30.3
Hacim direnci ($\Omega \cdot cm^2/cm$)	$>10^{14}$
Sertlik (Rockwell 45N)	82

Çizelge 2.7Sinterlenmiş α -alüminanın bazı özellikleri.

Özellik	Sıcaklık					
	20	500	1000	1200	1400	1500
Bulk yoğunluğu (g/cm ³)	3,984	3.943	3.891	3.868	3.845	3.834
Basınç dayanımı (GPa)	3.0	1.6	0.7	0.4	0.3	0.28
Bükülme mukavemeti (MPa)	380	375	345	300	210	130

Çizelge 2.8Korundumun yapısı ve kararsız alüminalar.

Atama	Yapı	Kafes parametleri açı (Å)		
		a	b	c
Korundum	Hegzagonal	4,758		12,991
Beta	Kübik	7,90		
Gama	Tetragonal	7,95		7,79
Delta	Tetragonal	7,97		23,47
Teta	Monoklinik	5,63	2,95	11,86 103° 42'
Kappa	Ortorombik	8,49	12,73	13,39

Malzeme kaynağının nispi bolluğu ve düşük maliyeti, ticari uygulama için ek bir avantajdır. Alümina seramikler, diğer gelişmiş seramiklerle yüksek sıcaklık stabilitesi ve yüksek sıcaklıklarda mukavemetin korunması özelliklerini paylaşır. Alümina seramikler, mikrodalga pencereler, kesici aletler ve buji yalıtımı gibi son derece iyi dielektrik özelliklere, yüksek mekanik mukavemete ve yüksek termal iletkenliğe ihtiyaç duyulan her yerde kullanılabilir. Ayrıca, yüksek yoğunluklu, yüksek saflıkta (>%99,5) Al_2O_3 (α -alümina), klinik şekilde yaygın olarak kullanılan ilk biyoseramiktir (Balkan2001).

2.3.6 Alüminanın Kullanım Alanları

Yüksek saflığa sahip alüminanın %90'ı ve üzeri alüminyum maetalinin eldesinde yaklaşık olarak %10'luk kısmından ise kimyasal, aşındırıcı ve refrakter eldesinde yararlanılmaktadır. Korozyon dayanımı, yüksek mukavemeti ile değirmen bilyesi yapımında da kullanım alanına sahiptir. Öte yandan tekstil endüstrisi, otomobil soğutma

mekanizmaları ve zırh ve roket yapımında da alüminadan yararlanılır(Özdemir2004). Askeri uygulamalarda alümina seramiklerden de yararlanılır(Emrullahoğlu vd. 2005).

Yüksek sıcaklıklarda bu malzemelerin fırın astarı olarak da kullanımı mevcuttur. Sağlığı ve aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı iplik mekiği sprej nozullarında da kullanılmaktadır (Taşkın 2005).

Elektronik sanayisinde substrat olarak alümine parçaların her sene üretimi gerçekleşmektedir. Bujilerde yalıtım için yaygın olarak kullanılırlar (Özdemir2004).

2.3.7Alümina Bazlı Seramikler

Oksit kökenli seramik hammaddelerinde alüminanın tüketim oranı oldukça fazladır. Düşük maliyet ve yoğunlukta olması, yüksek korozyon dayanımı ve sertliğe sahip olması alüminaya olan ilgiyi arttırmıştır (Yürüyen 2011).

Alümina doğal mineral olan boksit bünyesinde bulunmaktadır. Dünyada alüminanın %92'si alüminyum metalini elde etmek için kullanılır ve %8'i ise refrakter dolgu maddelerinde, seramik eldesinde, aşındırıcılarda kullanılmaktadır. Bayer prosesi sonucu meydana gelen alüminyum hidroksit, bünyedeki fazla kristal suyunun buharlaşması için uygulanan kalsinasyon aşamaları esnasında değişik ara hallerden geçmesi sonucunda gama ya da alfa kristal yapıları elde edilir (Yürüyen 2011).

Alümina değişik modifikasyonlara sahip olmasına karşı, sadece α -Al₂O₃ ticari bir şekilde kullanılmaktadır. Alümina oranının yüksek olmasına bağlı olarak iyi alümina seramikler elde edilir. %90 ya da üzeri alümina kullanımı en iyisidir.

Türkiye'de Seydişehir Alüminyum İşletmeleri'nde genellikle elek altı ile tanımlanan alüminalar alfa kristal yapısına geçiş yapamamış ve bünyesinde Na fazla bulunduğu için seramik üretiminde direkt olarak kullanılmaz (Yürüyen 2011).

2.3.8 Alümina Seramiklerin Bazı Uygulamaları

Al_2O_3 , sertliği ve mukavemeti nedeniyle aşındırıcı olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. Endüstriyel elmasın yerine daha ucuzdur. Birçok zımpara kağıdı türü alüminyum oksit kristalleri kullanır. Düşük ısı tutma özelliği ve düşük özgül ısısı, bileme işlemlerinde özellikle kesme takımlarında geniş kullanımının arkasındaki nedenlerdir. Yüksek aşınma direnci sayesinde CD/DVD'de çizik onarım kiti, diş macununda diş parlatici, alüminyumda kaplama malzemesi ve seramik bilyeli değirmende taşlama ortamı gibi pek çok farklı alanda kullanılabilir.

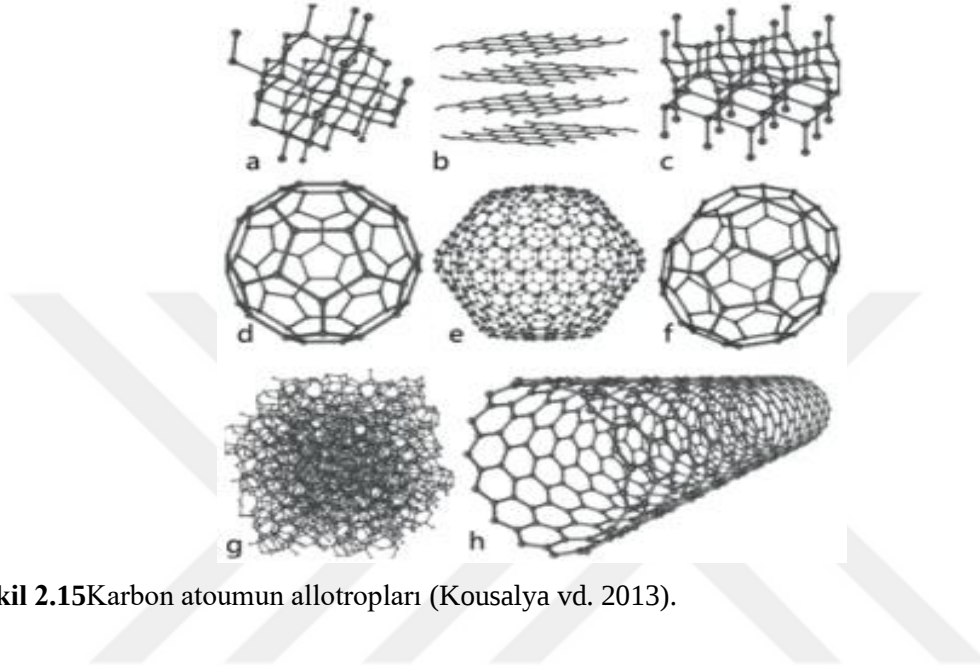
Alüminyum oksit, entegre devreler için bir substrat olarak kullanılan bir elektrik yalıtkanıdır, aynı zamanda tek elektron transistörleri ve süper iletken kuantum girişim (SQUID) cihazları gibi süper iletken cihazların üretimi için kuantum tünelleme bariyer filmleri olarak da kullanılır (Patnaik 2002). Ayrıca buji izolatörleri yapmak için de kullanılır (Koçlar 2013).

2.4 Grafen

Karbonun birkaç allotropu vardır. Grafen, bir karbon atomunun allotroplarındandır. Elmas, grafit, lonsdaleit, fullerene ve karbon nanotüp (CNT), karbonun diğer en bilinen allotroplarındır. Bu allotropların moleküler yapıları şekil 2.15'de gösterilmektedir. Bu allotroplar sırasıyla elmas, grafit, lonsdaleit, fulleren C-60, fullerit C-540, fulleren C-60, amorf karbon, karbon nanotüp olarak adlandırılır.

Grafen, bal peteği şeklindeki kafes yapısına sahip tek katmanlı, karbon bazlı bir malzemedir. 2004'te Andre Geim ve Konstantin Novoselov, grafitten ilk grafen katmanını üretmiştir (Novoselov vd. 2005). Bu buluştan sonra grafenin özelliklerini araştırmak için çeşitli araştırmalar yapılmıştır. Grafenin olağanüstü özelliklere sahip olduğu bulundu. Örneğin, Balandin ve ark. (Balandin vd. 2008) asılı grafen levhanın ısı iletkenliğini deneysel olarak araştırmış ve grafenin 4840-5300 W/mK civarında üstün ısı iletkenliğe sahip olduğunu bulmuştur. Bu, grafenin CNT'lerden ve diğer gelişmiş malzemelerden daha yüksek termal iletkenliğe sahip olduğunu göstermektedir. Başka bir araştırmada, Lee ve ark. (Lee vd. 2008) grafenin mekanik özelliklerini araştırdılar ve

grafenin 1000 GPa young modülüne sahip olduğunu ve bu da onu şimdiye kadar ölçülen en güçlü malzeme yaptığını elde ettiler. Grafenin üstün mekanik ve termal özelliklerinin yanı sıra, grafenin bakır veya alüminyum üzerine kaplandığında sıvı uygulamalar için de iyi bir korozyon bariyeri olduğu keşfedilmiştir (Kousalya vd. 2013).



Şekil 2.15 Karbon atomunun allotropları (Kousalya vd. 2013).

Çizelge 2.9 Tek katmanlı grafenin özellikleri.

Özellik	Değer	Referans
Young Modülü	1.0 TPA	
Kırılma Mukavemeti	130 GPa	(Lee vd. 2008)
Gerilme Direnci	100 GPa	
Termal İletkenlik	5000 W/mK	(Blandin vd. 2008)
Kayma Modülü	280 GPa	(X. Liu vd. 2012)
Boylamsal Ses Hızı	20 km/s	(Baimova vd. 2013)
Erime Sıcaklığı	4900 K	
Optik Geçirgenlik	97.70 %	(Edwards vd. 2013)
Elektron Mobilitesi	250.000 cm ² /Vs	(Bolotin vd. 2008)

Bu çalışmalar grafenin otomotiv, uzay ve elektronik gibi çeşitli alanlarda pek çok uygulama için takviye malzemesi olarak kullanılabileceğini gösterdi. Alüminyum,

elektronik, havacılık ve otomotiv endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Hafif ve ucuzdur. Dahası, yüksek ısı iletkenliğe ve düşük ısı ıl genleşme katsayısına sahiptir (Han vd. 2018).

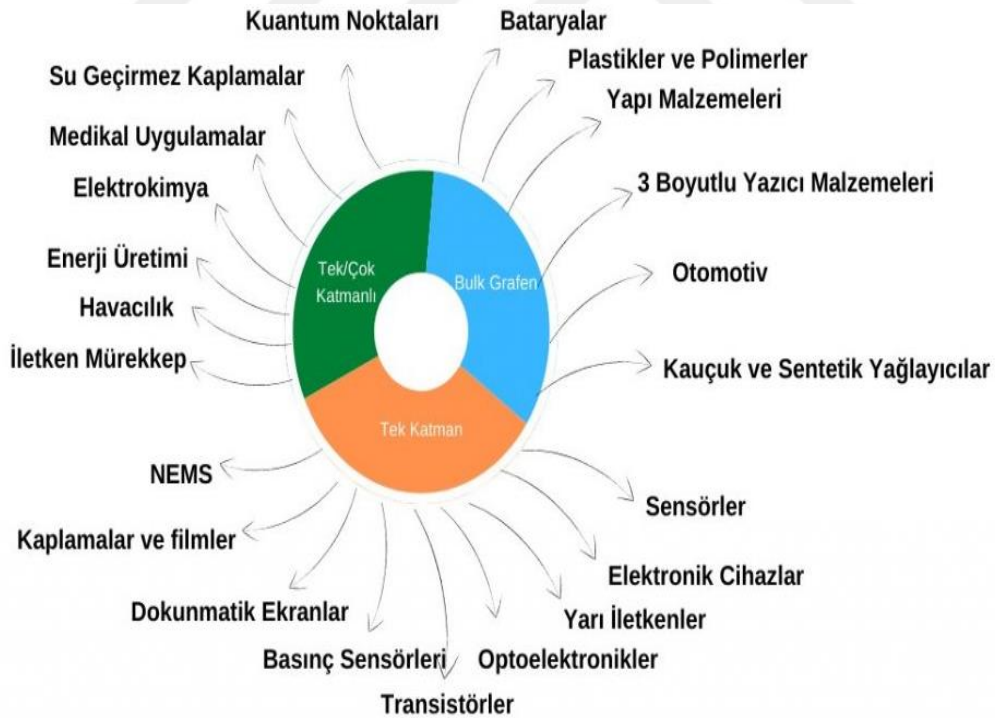
2.4.1 Grafen Oksit

GO ilk kez 1840'da Schafhaeutl ve 1859'da Brodie tarafından rapor edildi. GO'nun sentez yöntemlerinin ve kimyasal yapısının evriminin geçmişı, Dreyer ve diğ erleri tarafından kapsamlı bir şekilde gözden geçirilmiştir.ve Compton ve Nguyen. Ş u anda GO, 1958'de Hummers ve Offeman tarafından önerilen yöntem e göre hazırlanmaktadır; burada grafitin grafit okside oksidasyonu, grafiti susuz konsantre sülfürik asit, sodyum nitrat ve potasyum permanganat karışımı ile işleyerek gerçekleştirilmektedir.

Bazı değışiklikler önerilmiş olsa da, ana strateji değışmemiştir. Sonuç olarak, bu yöntemler genellikle değıştirilmiş Hummers yöntemleri olarak adlandırılır. Yüzyıldan fazla bir süredir geliştirilmiş olmasına rağmen, GO'nun kesin kimyasal yapısı hala tam olarak net değıldir, bu da kısmi amorf karakteri nedeniyle GO'nun karmaşıklığına katkıda bulunmaktadır. Birkaç erken araştırma, ayırık tekrar birimlerinden oluşan düzenli bir kafese sahip yapısal GO modelleri önermiştir ve Lerf ve Klinowski tarafından önerilen yaygın olarak kabul edilen GO modeli, stokiyometrik olmayan bir modeldir, buradaki karbon düzlemi, hidroksil ve epoksi (1,2-eter) fonksiyonel grupları ile dekore edilmiştir. Karbonil grupları da, büyük olasılıkla levha kenarı boyunca karboksilik asitler halinde, fakat aynı zamanda tabaka içinde organik karbonil kusurları olarak da mevcuttur. GO'nun son nükleer manyetik rezonans (NMR) spektroskopisi çalışmaları, grafitik trombositlerin çevresinde 5 ve 6 üyeli laktollerin yanı sıra esterlerin ve üçüncül varlığı da dahil olmak üzere önerilen yapıda küçük değışiklikler yaptı. yüzeydeki alkoller, uçaktaki epoksi ve alkol grupları hala baskındır. Bu evrim hakkında daha ayrıntılı bilgi Dreyer ve diğ erleri tarafından yapılan incelemede bulunabilir.

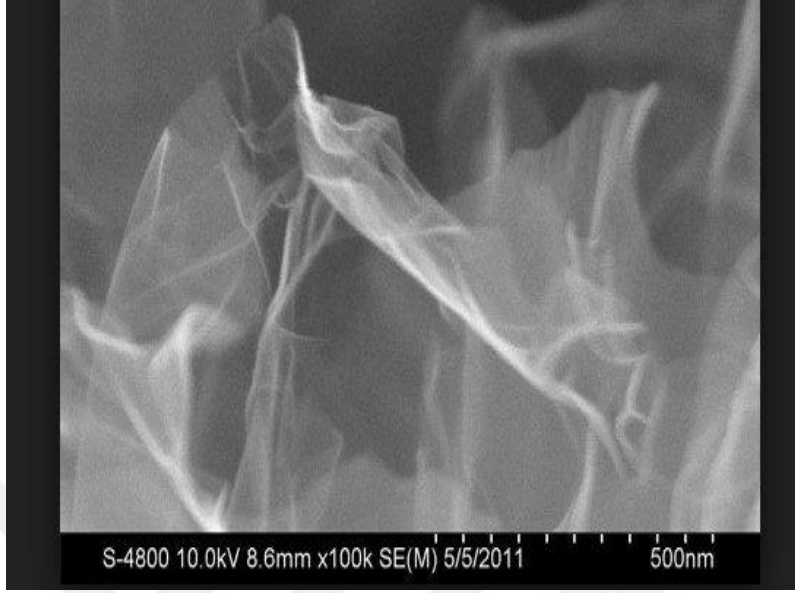
İdeal bir grafen tabakası yalnızca trigonal olarak bağlanmış sp^2 karbon atomlarından oluşur ve mikroskobik dalgalanmalardan ayrı olarak mükemmel düzdür. Yoğun bir şekilde dekore edilmiş GO tabakaları, grafen düzleminin biraz üstüne veya altına yer değiştiren kısmen tetrahedral olarak bağlanmış sp^3 karbon atomlarından oluşur. Yapı deformasyonu ve kovalent bağlı fonksiyonel grupların varlığı nedeniyle, GO tabakaları atomik olarak pürüzlüdür. GO'daki grafen benzeri bal peteği kafesinin düzensiz de olsa korunduğunu, yani fonksiyonel gruplara bağlı karbon atomlarının biraz yer değiştirdiğini ancak GO'daki birim hücrenin genel boyutunun grafeninkine benzer kaldığını göstermektedir. Sonuç olarak GO, karbon atomlarının çoğunun sp^2 hibridizasyonunu koruduğu oksitlenmemiş bölgelerle birleştirilmiş, oksijen içeren fonksiyonel gruplarla oksitlenmiş alanların rastgele dağılımı olarak tanımlanabilir.

2.4.2 Grafen'in Kullanım Alanları

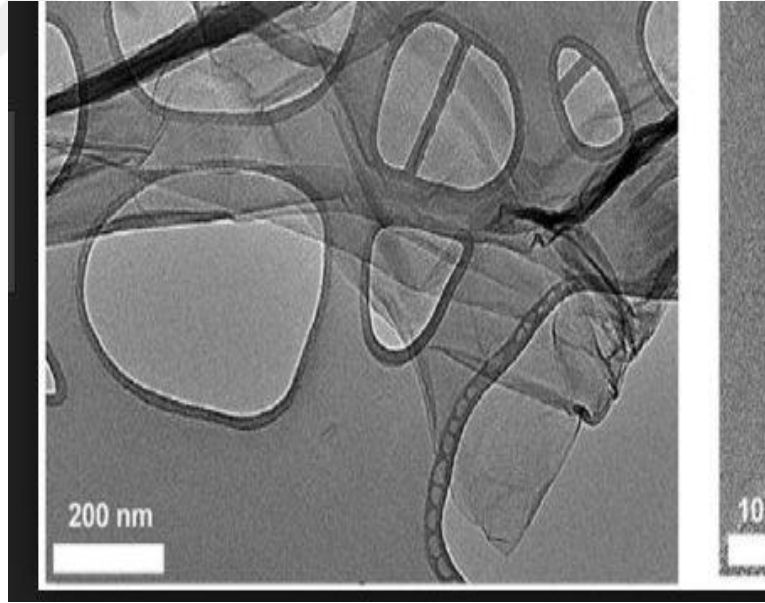


Şekil 2.16 Grafenin kullanım alanları.

2.4.3Grafenin Karakterizasyon Yöntemleri



Şekil 2.17Grafenin SEM görüntüsü.



Şekil 2.18Grafenin TEM görüntüsü.

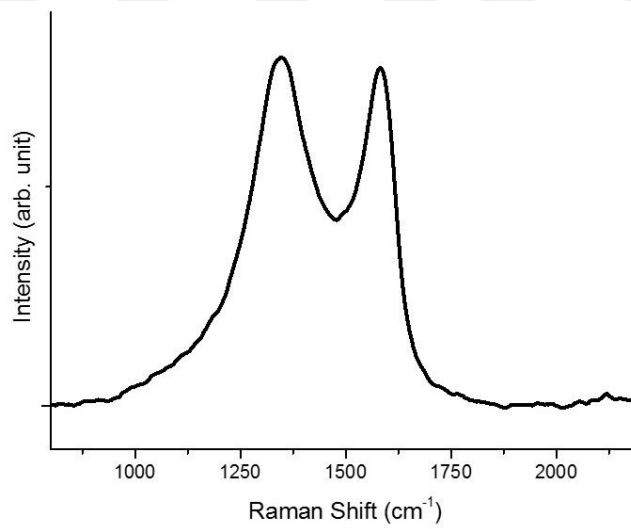
3. MATERYAL ve METOT

3.1 GO-NP ve Alümina Tozların Özellikleri

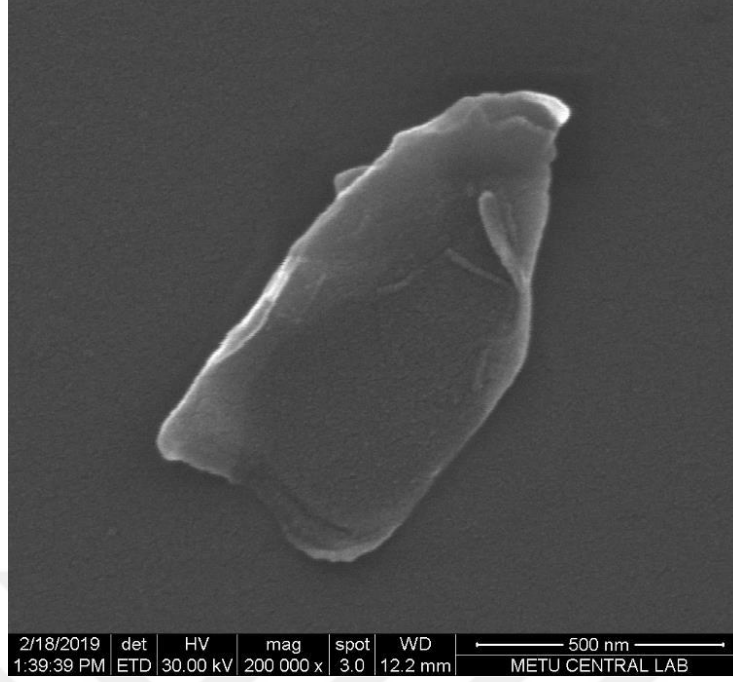
Çalışmada kullanılan Grafenoksit tozlar Nanografi Nano Technology firmasından temin edilmiştir. Özellikler çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1 Teknik özellikler

Safılık	99,8+%
Ortalama tabaka sayısı	Birkaç
Ortalama Çap(μm)	7,5
Spesifik Yüzey Alanı(m^2/g)	>420
Karbon içeriği (%C)	60-80
Renk	Siyah



Şekil 3.1 Raman analizi.



Şekil 3.2 SEM analizi.

Çalışmada kullanılan Alümina Nanokar Firmasından temin edilmiştir. Özellikleri çizelge 3.2’de verilmiştir.

Çizelge 3.2 Alümina teknik özellikleri.

Kod	NK18
Boyut	1-100 μ
Safılık	% 99,7
Klor İçeriği	<50 ppm
Sulu Ortamda pH	6,93
Çok iyi elektrik yalıtımı	1×10^{14} - 1×10^{15} Ω cm
Orta-çok yüksek mekanik güç	300-630 MPa
Çok yüksek sıkıştırma gücü	2000-4000 MPa
Yüksek sertlik	15-19 GPa
Orta derece ısı iletkenliği	20-30 W/mK
Düşük yoğunluk	3,75-3,95 g/cm ³
Mekanik yük olmadan çalışma sıcaklığı	1000-1500 °C

3.2 Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

3.2.1 Fırın

Sinterleme aşaması için Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer-Kompozit Malzemeler laboratuvarında bulunan REFSAN 27 Marka kamara tip fırın kullanılmıştır.



Resim 3.1 REFSAN marka fırın.

3.2.2 Pres

Karışım tozlarına dikdörtgen prizma şekli vermek için, Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Seramik laboratuvarında bulunan ve 315 ton bara kadar basınç uygulayabilen Şahinler marka tek eksenli hidrolik pres kullanılmıştır.



Resim 3.2 Pres.

3.2.3 Hassas Terazi

Numune ağırlık tartımları ve toz ağırlıkları için Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer-Kompozit Malzemeler laboratuvarında bulunan Kern marka 0,001g hassasiyetli ve maksimum 620g tartım kapasiteli hassas terazi kullanılmıştır.



Resim 3.3Hassas terazi.

3.2.4 SEM Cihazı

SEM-EDX incelemeleri yapabilmek için numunelerin mikroyapı analizleri Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde bulunan LEO 1430 VP markalı SEM cihazında yapılmıştır.



Resim 3.4SEM cihazı.

3.2.5 Kullanılan Diğer Cihazlar

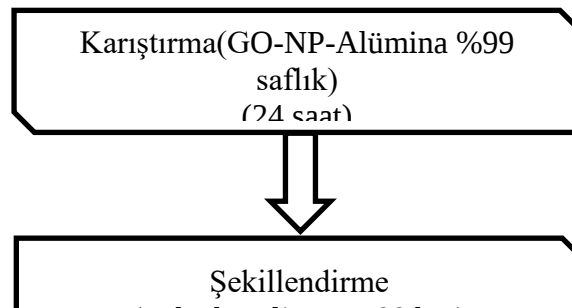


Resim 3.5AND Marka Arşimet Terazisi.

Numunelerin su emme test analizleri için Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer-Kompozit Malzemeler laboratuvarında bulunan AND Marka Arşimet Terazisi kullanılmıştır.

3.3 Deneysel Çalışmalar

Yüksek saflığa sahip ticari alfa alüminası ve grafenoksit nano tanecikleri kullanılarak üretilen seramik kompozitlerin çeşitli özellikleri araştırıldı. Alümina içerisine grafen oksit nanotanecek ilavesi % 1, 2, 3 oranlarında yapıldı. Alümina/GO-NP toz karışımlarına uygulanan yöntemler Şekil 3.3’de verilmiştir.





Şekil 3.3Deneyisel çalışmalar akım şeması.

3.3.1 Karışım Hazırlama Aşaması

Karışım hazırlama aşamasında %1, 2, 3 oranlarında alümina ve grafen oksit nanotanecekleri birlikte homojenizasyon sağlanması için kapalı bir kutu içerisinde bilyeli karıştırıcıda 24 saat süreyle karıştırıldı. Alümina ve grafen oksit nano tanecikleri karışım oranları çizelge 3.3’de verilmiştir.

Çizelge 3.3Toz karışım oranları.

Al ₂ O ₃ (gr)	GO-NP (gr)
-------------------------------------	------------

AG0 Katkısız	10	-
AG1 %1 Katkılı	9,9	0,1
AG2 %2 Katkılı	9,8	0,2
AG3 %3 Katkılı	9,7	0,3

3.3.2 Şekillendirme Aşaması

Presleme kalıp boşluğuna doldurulan tozlara tek yönlü basınç uygulayarak şekillendirme esasına dayanmaktadır. Homojenliği sağlanan alümina esaslı karışım Şahinler marka tek eksenli hidrolik preste dikdörtgen prizma şekilli kalıpta, 200 bar basınç altında 2-3 dakika bekletilerek şekil verildi.



Resim 3.6Presleme aşaması.



Resim 3.7Preslenen numune görüntüsü.

3.3.3 Sinterleme Aşaması

Şekillendirme işleminin ardından numunelerin dayanımlarını arttırmak için, elde edilen dikdörtgen prizma şekilli numuneler sinterlemeye tabii tutulur. Sinterleme aşamasında Refsan 27 marka kamara tip fırında numuneler 1300 °C’ de 4 saat süre boyunca ısıtılma işlemine bırakılmıştır.



Resim 3.8Sinterleme aşaması numune görüntüleri.

Sinterleme sonrası numuneler oda sıcaklığına gelene kadar bekletilmiştir. Oda sıcaklığına gelen numuneler Kern marka hassas terazide tartılmış ve ağırlıkları (W_K) ölçülmüştür. Bu işlem sonrasında numunelere % su emme, bulk yoğunluk ve % gözenek testleri uygulanmıştır. Ardından mekanik test olarak basma testi uygulanmıştır. Morfolojik analizler için ise SEM ve EDX analizleri yapılarak numune içerisindeki tane boyutu ve dağılımı gözlemlenmiştir.

3.3.4 Su Emme Testi

Su emme testinde Arşimet Prensibi kullanılmıştır. Bu prensipte aşağıdaki formül kullanılmaktadır.

$$\% Su\ emme = [(WD - WK)/WK].100(3.1)$$

W_K : kuru numunenin havadaki ağırlığı

W_D : sıvı emmiş numunenin havadaki ağırlığı



Resim 3.9 Su emme testi.

Test için öncelikle numunelerin kuru ağırlıkları (W_K) ölçümleri alınmıştır. Bu işlem sonrasında numuneler askıda kalmaları için ızgara tel içine yerleştirilmiştir. Ardından ızgara tel 200 °C’de kaynatılan su haznesi içerisine bırakılmıştır. Birer saat arayla örnek bir numune seçilip suyun içerisinden çıkarılarak ağırlığı sabit kalıncaya kadar tartılır.

3.3.5 Bulk Yoğunluk

Bulk yoğunluğu için aşağıdaki formül kullanılmıştır.

$$\rho_{bulk} = [W_K / (W_D - W_A)] \times \rho_{sıvı} \quad (3.2)$$

W_A : sıvı emdirilmiş numunenin su içindeki asıl ağırlığı

$\rho_{sıvı}$: kullanılan sıvının yoğunluğu

Su emme testinden sonra soğutulan numunelerin bulk yoğunluğunu bulmak için AND marka Arşimet terazisi kullanılmıştır. Test için bir numune terazinin haznesine konulup

suyun içersine daldırılmıştır. Su emmiş numunenin su içindeki ağırlığı (W_A) değeri ölçülmüştür. Suyun içinden alınan numune kuru bir peçete yardımı ile dış ıslaklığı alınarak tekrar bir tartım yapılmıştır. Bu tartım ile su emmiş numunenin havadaki ağırlığı (W_D) bulunmuştur.



Resim 3.10Bulk yoğunluk testi numune görüntüsü.

3.3.6 % Gözeneklilik Testi

Gözeneklilik testi aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır.

$$Porozite = [(WD - WK)/(WD - WA)] \times 100 \quad (3.3)$$

3.3.7 Basma Testi

Basma testi için Afyon Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalik Malzemeler laboratuvarında bulunan Autograph AG-IS 100 KN marka cihaz kullanılmıştır. Üç nokta eğme testi için öncelikle numunelerin boyut ölçümleri yapılmıştır. Bu ölçümlerden sonra numune cihaza yerleştirilir ve cihazın programına numune ölçüleri girilmiştir. En son olarak her numune için test yapılarak sonuçlar elde edilmiştir.

3.3.8 SEM-EDX Analizi

Saf alümina ve grafen katkılı numunelere ısıtma işlemi sonrasında, sıcaklık ve süre etkisiyle numune bünyesindeki tane dağılımlarını kontrol etmek için SEM analizi yapılmıştır.

3.4. İkinci Çalışma

Satın alınarak temin edilen Grafen oksit nanotaneceklerde Alümina matrisine katkı yapılması sonucu istenen sonuçlar elde edilememiştir. Bunun üzerine Modifiye Hummers Metodu ile grafenoksit kendi laboratuvarlarımızda sentezlenmiş ve aynı işlemler onlara da uygulanmıştır. İlk çalışmada A ile başlayan numune kodu ikinci çalışmada ise B ile başlayan numune kodu kullanılmıştır.

Bu yöntemde Grafit ve NaNO_3 buz banyosu ($0-5^\circ\text{C}$) altında tutulan 1000 ml'lik ölçülü balonda H_2SO_4 (%98) içinde sürekli karıştırılarak karıştırılır. Karışım bu sıcaklıkta 4 saat karıştırılır ve süspansiyona çok yavaş bir şekilde potasyum permanganat ilave edilir. Ekleme hızı, reaksiyon sıcaklığını 15°C 'nin altında tutmak için dikkatle kontrol edilir. Karışım, çok yavaş su ilavesiyle seyreltilir ve 2 saat karıştırılarak tutuldu. Daha sonra buz banyosu çıkarılır ve karışım 2 saat 35°C 'de karıştırılır. Yukarıdaki karışım, 10-15 dakika boyunca 98°C 'de bir geri akış sisteminde tutulur. 10 dakika sonra sıcaklığı 30°C 'ye düşürür, bu da kahverengi renkli çözelti verir. 10 dakika sonra tekrar 25°C 'ye düşürülür ve sıcaklığı 2 saat korunduk. Çözelti son olarak rengi parlak sarıya dönüşene kadar H_2O_2 ile karıştırılır. 200 ml su iki ayrı behere alınır ve hazırlanan eşit miktarda çözelti ilave edilir ve 1 saat boyunca sürekli karıştırılır. Daha sonra karıştırılmadan 3-4 saat bekletilir, burada GO partikülleri dibeye çöker ve kalan su süzgeçten geçirilir. Nihai karışım, jel benzeri bir madde (pH-nötr) oluşana kadar %10 HCl ve daha sonra deiyonize (DI) su ile tekrar tekrar santrifüj edilerek yıkanır. Santrifüjden sonra jel benzeri madde 6 saatten fazla 60°C 'de vakumla kurutulur.

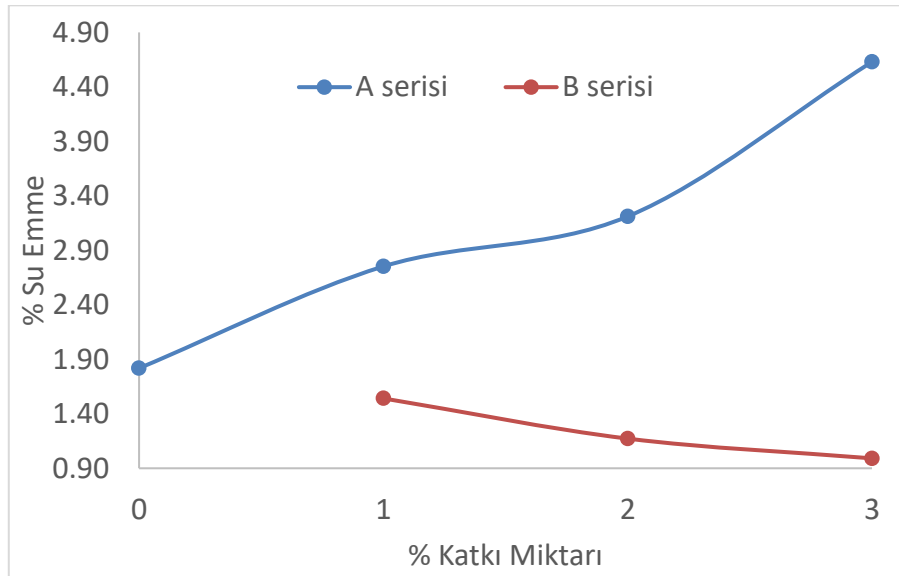
4. BULGULAR

4.1 Su Emme Testi

Test için hazırlanan numunelerin ilk olarak kuru ağırlıkları (W_K) ölçülmüştür. Çizelge 4.1’de numunelerin kuru ağırlıkları verilmiştir. Kuru ağırlık ölçümlerinin ardından 200°C’ de kaynatılan su içerisine bırakılan numuneler bir süre su içerisinde tutulmasının ardından soğumaya bırakılmış ve soğuyan numunelerin su emmiş ağırlıkları (W_D) ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlar çizelge 4.1’de verilmiştir.

Çizelge 4.1 % su emme, % Gözeneklilik ve Bulk Yoğunluk ölçüm sonuçları.

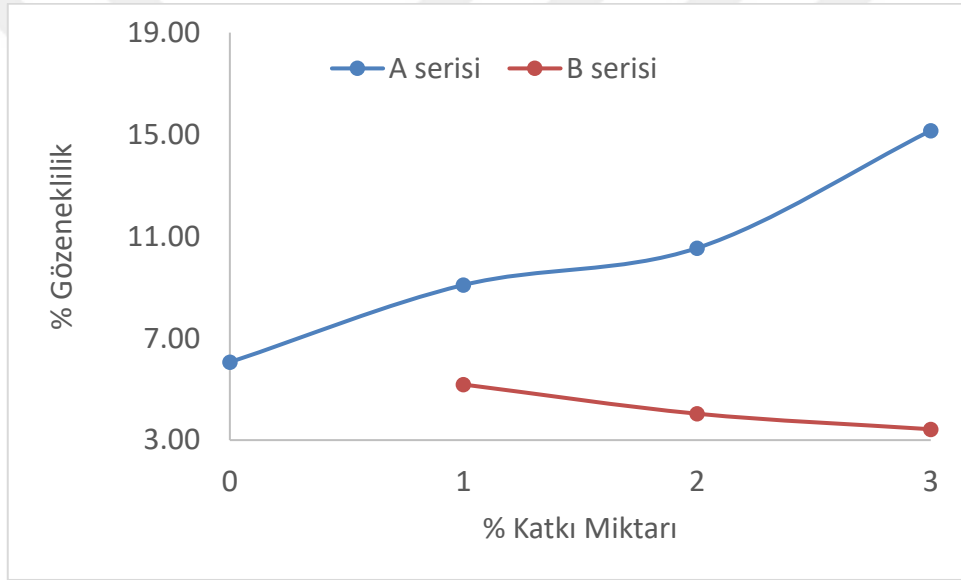
Numune Adı	% Su Emme	% Gözeneklilik	Bulk Yoğunluk (g/cm ³)
AG0	1,82	6,06	3,33
AG1	2,75	9,09	3,30
AG2	3,21	10,54	3,28
AG3	4,63	15,15	3,27
BG1	1,54	5,18	3,36
BG2	1,17	4,04	3,44
BG3	0,99	3,43	3,46



Şekil 4.1 % su emme grafiksel gösterimi.

Grafenoksit nano partikül ilavesi arttıkça su emme değerlerinde artma gözlemlenmiştir. Su emme değerlerindeki artmalar ile grafenoksitin alümina bünyesinde sinterleme etkisi ile birlikte reaksiyona girip gaz çıkışına neden olduğunu göstermektedir. Su emme ve gözeneklilik doğru orantılı bir şekilde birbirini takip eder. Su emme ölçümleri arttıkça, gözenekli yapıda da artmalar meydana gelmektedir.

İkinci çalışmada laboratuvarda sentezlenen grafen oksit ile yapılan çalışma da ise beklenildiği gibi katkı miktarının artmasıyla % su emme değerlerinde düşme gözlemlenmiştir.

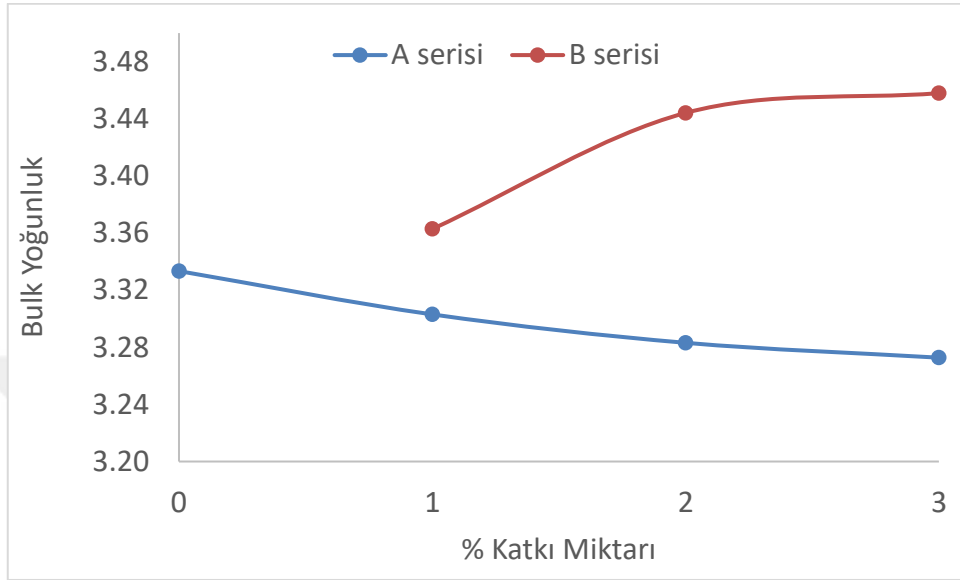


Şekil 4.2 Gözeneklilik sonuçları grafiksel gösterimi.

Literatürde bazı uygulamalarda gözenekliliğin düşük olması istenmektedir. Çizelge 4.1'deki sonuçlara bakıldığında grafenoksit nano partikül katkılı karışımlarda katkı miktarı arttıkça gözeneklilikte artma olduğu gözlemlenmiştir. Bu da yapı bünyesinde su emme artışına neden olan gözeneklerin varlığını desteklemektedir.

Sinterleme süresi ve sıcaklığın yanı sıra grafenoksit nano partikül katkı miktarının artması ile porozitede artmalar meydana gelmiştir. Yapı bünyesinde genellikle yüksek porozite istenmemektedir. Porozitenin azalmasıyla taneciklerin birbirine daha iyi yapışması ve sinterleme sonucu gözeneklerin kapanması beklenir. Bu durum ikinci

çalışmada elde edilmiştir. Modifiye Hummers Metoduyla üretilen grafen oksit nanotanicikleri katkılı alüminanın katkı miktarının artışıyla gözenekliliğinde azalma meydana gelmiştir.



Şekil 4.3 Bulk yoğunluk grafiksel gösterimi.

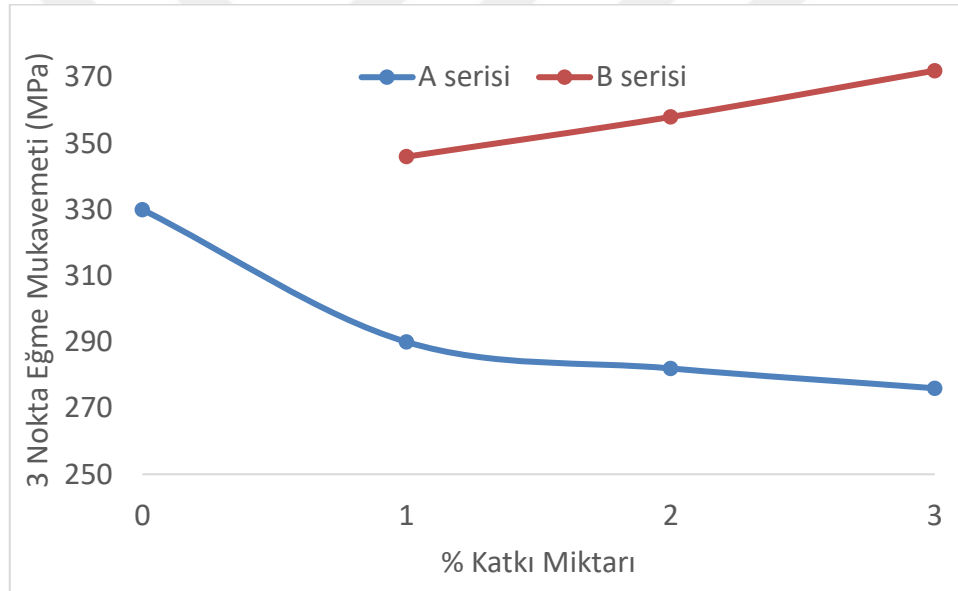
Alümina içerisine grafen nano partikül katkısı ile birlikte bulk yoğunluğunda azalmalar gözlemlenmiştir. Bu da, kompozit malzemelerde düşük yoğunluğa sahip katkı ilavesi ile kompozitin yoğunluğunda azalma olması ile benzer bir durumdur. Grafenoksit nano partiküllerinin yoğunluğu alümina tozlarının yoğunluğundan daha düşüktür. Yapıya ilave edilen grafen nano partikül miktarı arttıkça yoğunluk düşmeye devam eder. Labotratuvarda sentezlenen grafen oksit katkılı B serisine bakılacak olursa grafenoksit katkısıyla bulk yoğunlukta artma ve gözeneklerin bu nanotaniciklerde dolması gerçekleşmiştir.

4.4 3 Nokta Eğme Mukavemet Testi

Grafenoksit nano partikül katkılı ve katkısız alümina numunelere sinterleme sonrası yapılan üç nokta eğme testi sonuçları çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.23 nokta eğme testi ölçüm sonuçları.

Numune Adı	3 Nokta eğme Testi (MPa)
AG0	330
AG1	290
AG2	282
AG3	276
BG1	346
BG2	358
BG3	372

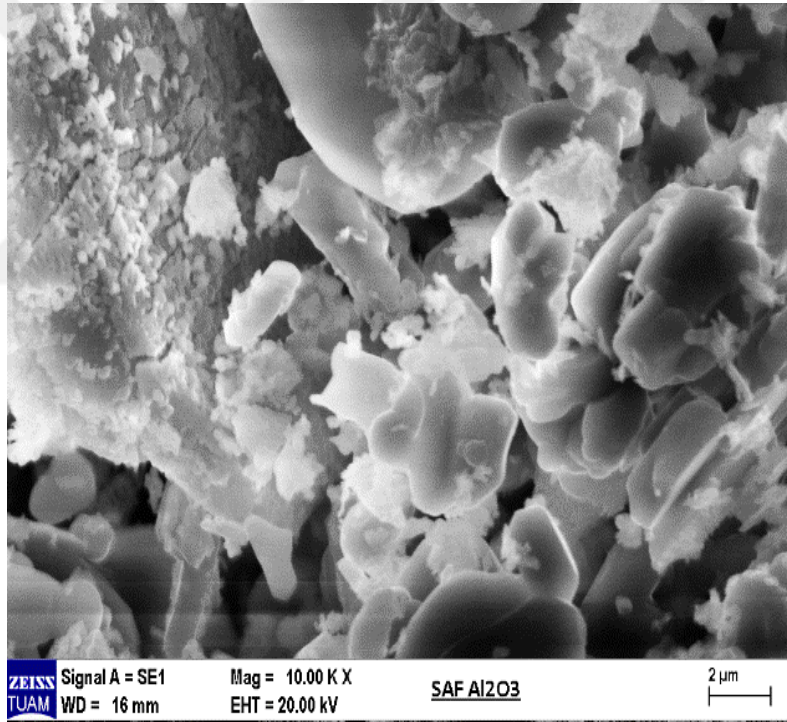


Şekil 4.43 Nokta Eğme testi sonuçları grafiksel gösterimi.

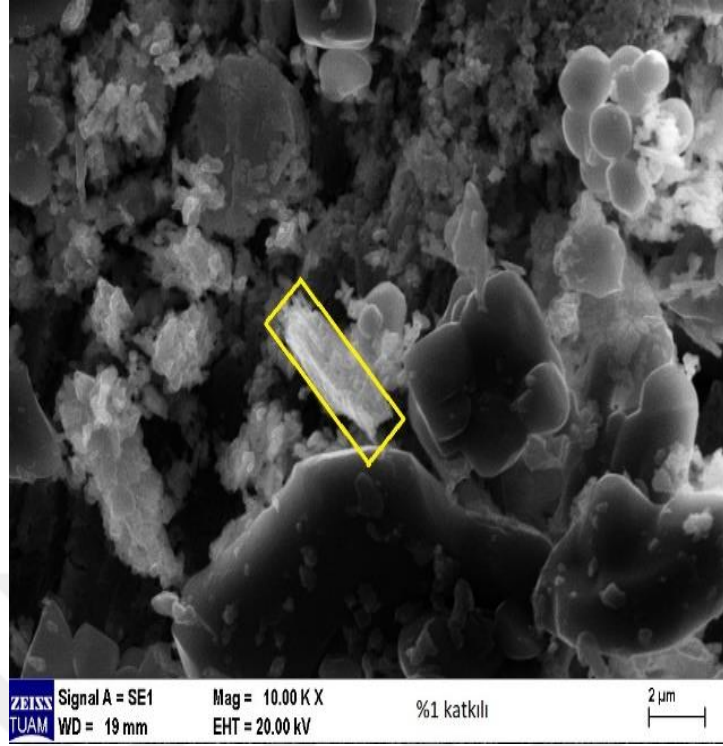
Sonuçlar kontrol edildiğinde en yüksek değerler katkısız numunelerde 330 MPa olarak gözlemlenmiştir. GNP katkısı genel olarak mekanik özellikleri arttırması beklenirken meydana gelen gözenekler mukavemette düşüşe neden olmuştur. Katkısız alüminaya göre mekanik özelliklerin düştüğü sonuçlarda gözlemlenmiştir. Laboratuvarında sentezlenen grafen oksit katkılı numunelerde katkısız numuneye göre 3 nokta eğme mukavemetinde artış gözlemlenmiştir.

4.5 SEM-EDX Analizi

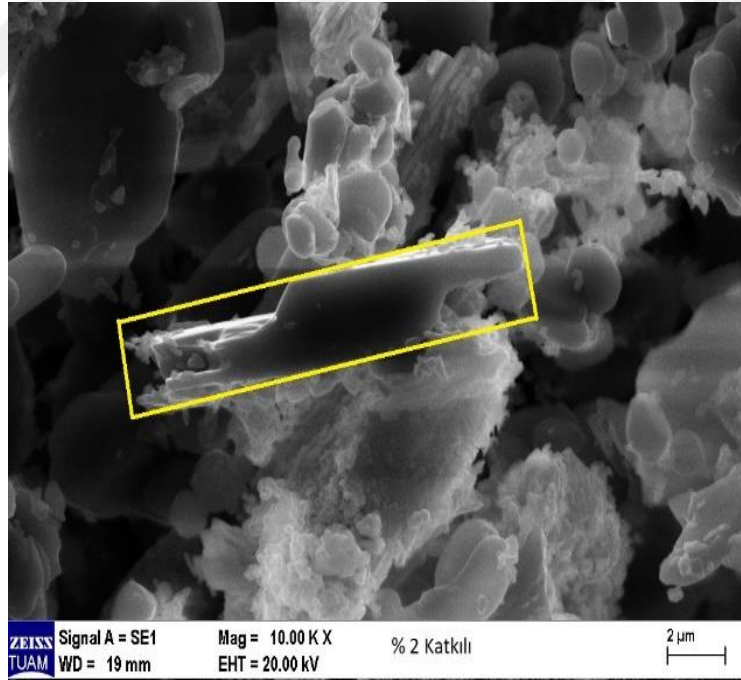
Saf alumina ve grafen nano partikül ile katkılandırılmış numuneler sinterleme sonrası SEM analizine tabii tutulmuştur. Isıl işlemin ve sürenin etkisiyle yapı bünyesinde ki tane dağılım ve yapılar gözlemlenmiştir. Ayrıca yapı içerisinde gözeneklerde meydana gelmiştir. Bu gözenekli yapının tam homojen karıştırılamama ve kalıp içiresinde preslemeden kaynaklandığı düşünülmektedir. %1, 2 ve 3 grafenoksit nano partikül katkılı numune görüntülerinde katkı oranındaki artışın grafenin yapı bünyesinde levha şeklinde meydana geldiği gözlemlenmektedir. %2 ve 3 GO-NP katkılı numuneler için bu durum daha ne bir şekilde görülmektedir.



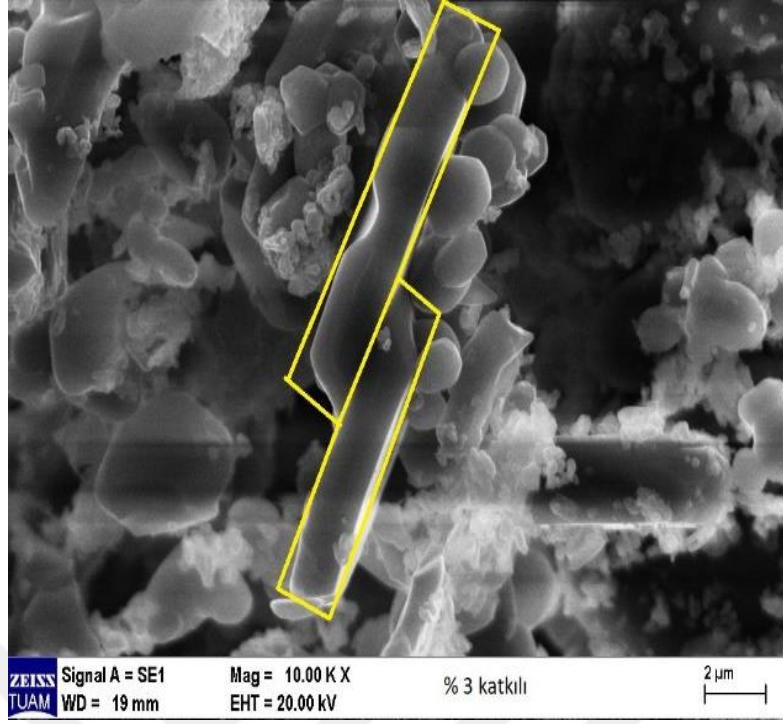
Şekil 4.5Saf Al₂O₃ (AG0) SEM görüntüsü.



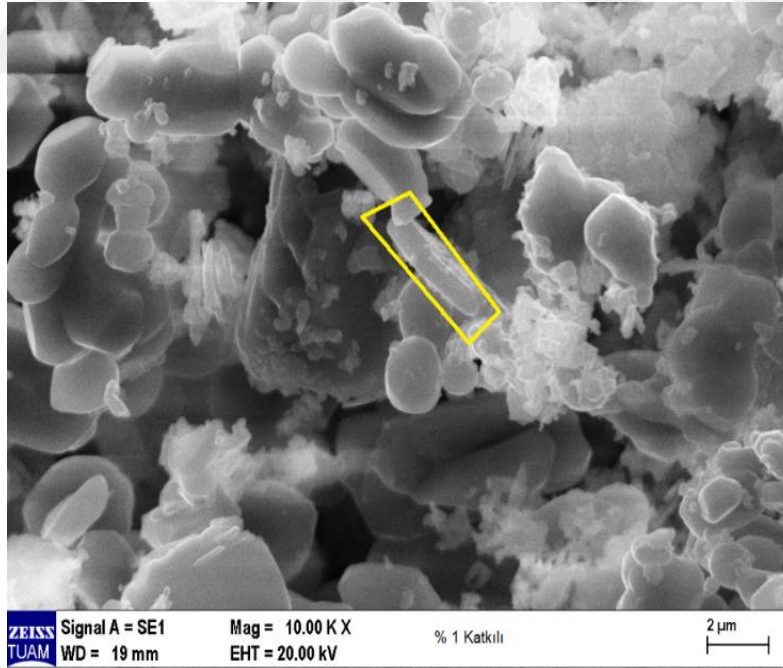
Şekil 4.6%1 GO-NP katkılı Al₂O₃ (AG1) SEM görüntüsü.



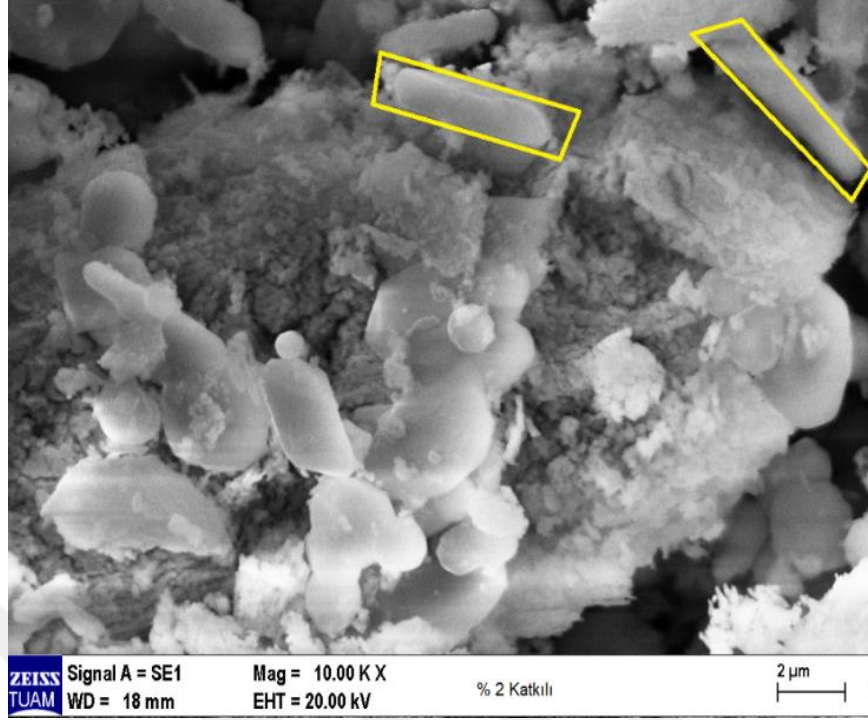
Şekil 4.7%2 GO-NP katkılı (AG2) Al₂O₃ SEM görüntüsü.



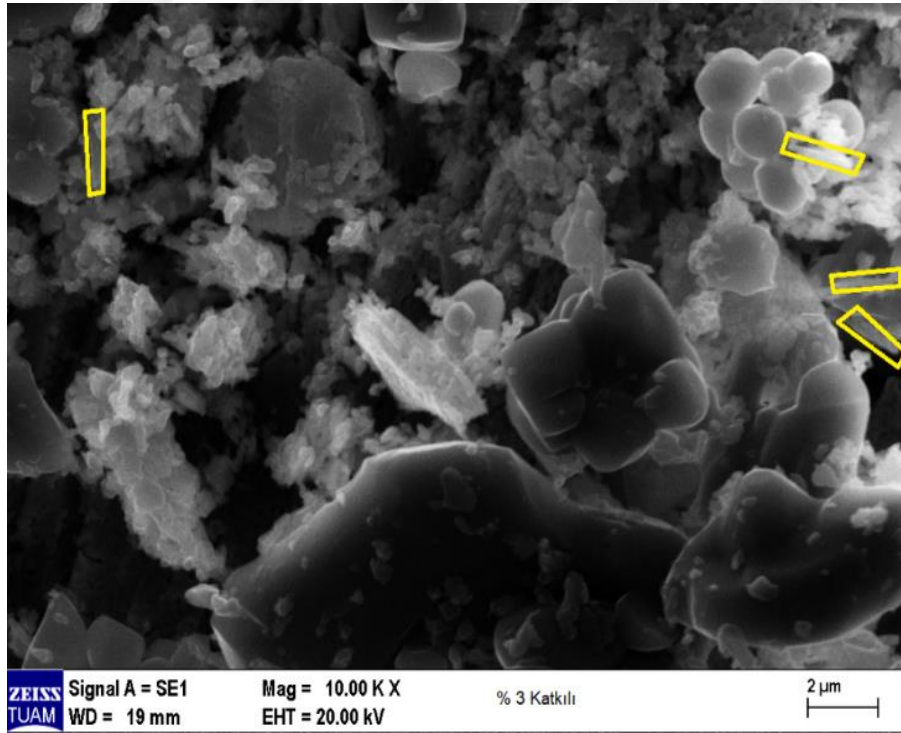
Şekil 4.8 %3 GO-NP katkılı (AG3) Al_2O_3 SEM görüntüsü.



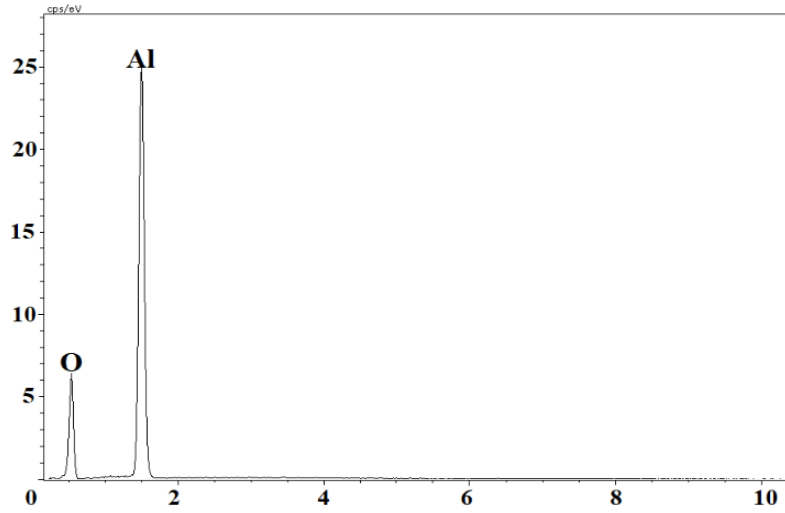
Şekil 4.9 %1 GO-NP katkılı Al_2O_3 (BG1) SEM görüntüsü.



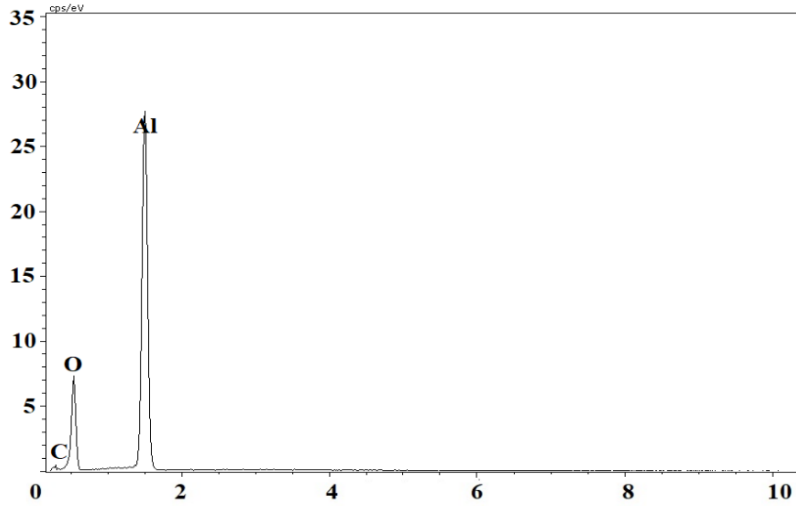
Şekil 4.10 %2 GO-NP katkılı Al_2O_3 (BG2) SEM görüntüsü.



Şekil 4.11 %1 GO-NP katkılı Al_2O_3 (BG3) SEM görüntüsü.



Şekil 4.123 Nokta Eğme testi sonuçları grafiksel gösterimi.



Şekil 4.13GONP katkılı alümina (AG3) EDX analiz görüntüsü.

Şekil 4.12 ve 4.13' desaf alumina ve GO-NP katkısı yapılmış numunelere ait EDX analizi sonuçları verilmiştir. Grafenoksit nano partiküllerinin karbon atomundan meydana gelmelerinden dolayı EDX analiz sonuçlarında C piki meydana çıktığı gözlemlenmiştir.

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Gerçekleştirilen tez çalışmasında, günümüzde kullanılan alümina seramik malzemelerin biyomedikal sektörde daha dayanıklı, hafif, esnek, daha ucuz ve vücut yapısı ile uyumlu olması yönünde içerisine grafenoksit nanotanecekleri katılarak üretimi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda yüksek saflığa sahip alcoa alüminasına %1, 2 ve 3 oranında grafenoksit nanotanecek katkılanması yapılmıştır. 200 bar basınç altında dikdörtgen prizma şeklinde preslenen numuneler ısıtma işlemine tabii tutulmuştur. Grafen/seramik kompozit üretiminin yapılmasını takiben %su emme, bulk yoğunluk, %gözeneklilik ve basma testlerinin yanı sıra SEM ve EDX gibi metalografik analizler uygulanmıştır.

%Su emme testi sonuçlarını kontrol ettiğimizde grafenoksit nanotanecek katkısı arttırıldıkça su emme değerlerinde artmalar meydana gelmiştir. Su emme değerlerinde artma beraberinde gözeneklilik değerlerinde de artmaya neden olduğu gözlemlenmiştir. Ancak laboratuvarında sentezlenen grafen oksit kullanıldığında bu durumun tam tersi gözlemlenmiştir. Katkı miktarıyla su emme yüzdesi azalmış, gözeneklilik de paralel olarak azalma göstermiştir.

Alümina içerisine GNP katkısı ile birlikte bulk yoğunluk sonuçlarında da azalmalar gözlemlenmiştir. Su emme yüzdesi ve gözenekliliğin yüksek olması bulk yoğunluğu düşürmüştür. Yapıya ilave edilen grafenoksit nanotanecek miktarı arttıkça yoğunluk değerinde de azalmalar devam ettiği gözlemlenmiştir. Ancak ikinci çalışmada kullanılan grafenoksitlerde bulk yoğunluk 3,33 g/cm³ den 3,46 g/cm³'e çıkmıştır.

Literatürde gözeneklilik değeri %50 ya da altında olması istenmektedir. İkinci çalışmadaki %Gözeneklilik sonuçlarını kontrol ettiğimizde grafenoksit nanotanecek katkısı arttıkça gözeneklilik değerleri 6,06'dan 3,43 'e düşüş meydana gelmiştir.

Basma testi sonuçlarına bakıldığında en yüksek değerler ikinci çalışmada %3 GO-NP katkılı numunelerde 372 MPa olarak gözlemlenmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan ticari grafenoksit tozlarının saf olduğu belirtilse de yapıda dekompoze olabilecek

bileşenlerden kaynaklı safsızlıkların bulunduğu % Su emme, gözeneklilik, bulk yoğunluk ve 3 nokta eğme testinden anlaşılmaktadır. Bunun üzerine yaptığımız ikinci çalışma ile bu safsızlıklar elimine edilmiştir.

Isıl işlem ve sürenin etkisiyle yapı bünyesinde ki yapılar ve tane dağılımları gözlemlenmiştir. Yapı içerisinde gözenekler meydana geldiği saptanmıştır. Bu gözenekli yapının oluşması tozların homojen bir şekilde karıştırılmaması ve yeterli basınçta preslenememesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Katkı oranı arttıkça grafenoksit nanotaneler daha net şekilde görüntülenmiştir.

Grafenoksit nanotanelerinin karbon atomundan meydana gelmelerinden dolayı EDX analiz sonuçlarında C piki meydana çıktığı gözlemlenmiştir.

6. KAYNAKLAR

- Ataş A, Yusufoglu İ, Oktay E, 2001, Otomobil Parçalarının Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi, Demir-Çelik Sempozyumu Bildiriler Kitabı, Zonguldak, 721–729.
- Baimova J A, Liu Bo SV, Dmitriev K, Zhou and A A Nazarov, 2013, Effect Of Stone-Thrower-Wales Defect On Structural Stability Of Graphene At Zero And Finite Temperatures, 103.
- Balandin, Alexander A, Suchismita G, Wenzhong B, Irene, Desalegne T, Feng M and Chun N L, 2008, Superior Thermal Conductivity Of Single-Layer Graphene, Nano Letters 80, 902–7.
- Balkan Sırma, 2011, Use Of Metal Templates For Microcavity Formation In Alumina. A Thesis Submitted To The Graduate School Of Engineering And Sciences Of Izmir Institute Of Technology In Partial Fulfillment Of The Requirements For The Degree Of Master Of Science In Materials Science And Engineering, Izmir.
- Birol B, Saridere MN, Özel Alüminalar-2 Alüminyum Hidroksit Ve Aktif Alüminalar, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri ve Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul, 2006.
- Bolotin K I, Sikes K J, Jiang Z, Klima M, Fudenberg G, Hone J, Kim P, Stormer H L, 2008, Ultrahigh Electron Mobility In Suspended Graphene, Solid State Communications 146, 351–55.
- Edwards, Rebecca S, and Karl S, Coleman, 2013, Graphene Synthesis: Relationship To Applications, Nanoscale 5, The Royal Society Of Chemistry, 38–51.
- Emrulloğlu Ö F, Çilha E, Emrulloğlu S B, 2005, Alümina SiC Seramik Kompozit Üretimi, IV Uluslararası Toz Metalurjisi Sempozyumu, Sakarya, 18-22s.
- Ercenk E, 2005, ZnO - % 6 Bi₂O₃ İkili Sisteminde İlavesinin Mikroyapı ve Tane Büyüme Kinetiğine Etkileri, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi.
- German RM, 2007, Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Türk Toz Metalurjisi Derneği, Ankara.
- Güleryüz Lutfiye Feray, 2010, An Investigation Of Microstructure And Mechanical Properties Of Aluminum Matrix Composite Reinforced With B₄C Particulates Manufactured By Powder Metallurgy Method, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine

- Mühendisliği, Yüksek Lisans, Yeditepe University, 92s, İstanbul.
- Han, Xiaopeng, Ying H, Qiao G, Meng Y, Xuefang C, 2018, High Thermal Conductivity and Mechanical Properties Of Nanotube@Cu/Ag@Graphite/Aluminum Composites, Industrial & Engineering Chemistry Research 57, 10365–71.
- İpek M, 2005, İki Farklı Yolla Üretilmiş Alumina-Zirkonya Kompozitlerin Sinterlenme ve Kırılma Davranışlarının İncelenmesi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Sakarya.
- Kara M, 1998, Alüminyum Oksitin Sürtünme Ve Aşınma Davranışları”, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya.
- Koçlar G S, 2013, Gelcasting Of Alumina Ceramics With Gelatin And Carrageenan Gum And Investigation Of Their Mechanical Properties, A Thesis Submitted To The Graduate School Of Engineering And Sciences Of Izmir Institute Of Technology In Partial Fulfillment Of The Requirements For The Degree Of Master Of Science In Materials Science and Engineering, İzmir.
- Kousalya A S, Anurag K, Rajib P D Z, Timothy S, 2013, Graphene: An Effective Oxidation Barrier Coating For Liquid And Two-Phase Cooling Systems.” Corrosion Science, Pergamon.
- Lee, Changgu, Xiaoding W, Jeffrey W Kysar, James Hone, 2008, Measurement Of The Elastic Properties And Intrinsic Strength Of Monolayer Graphene, Science 321, 385–388.
- Liu G, 2011, Fabrication of Porous Ceramics And Composites By a Novel Freeze Casting, The University Of Birmingham, 225s.
- Liu, Xiao, Thomas H, Metcalf, Jeremy T, Robinson, Brian H, Houston, Fabrizio Scarpa, 2012, Shear Modulus Of Monolayer Graphene Prepared By Chemical Vapor Deposition, 1013–17.
- Metson J, 2011, Fundamentals of Aluminium Metallurgy, Production, Processing and Applications, Cilt 1, Woodhead Yayıncılık, 864s.
- Moulson A J, Hebert J M, 1990, Electroceramics Materials, Properties, Applications, Chapman And Hall, 68–76s.
- Nawaz F, Cao H, Xie Y, Xiao J, Chen Y, Ghazi ZA, 2017, Selection Of Active Phase Of MnO₂ For Catalytic Ozonation Of 4-Nitrophenol. Chemosphere, 168, 1457–

1466.

- Novoselov K S, Jiang D, Schedin F, Booth T J, Khotkevich V V, Morozov S V, Geim A K, 2005, Two-Dimensional Atomic Crystals, Proceedings Of The National Academy Of Sciences Of The United States Of America, 102.
- Özdemir M, 2004, Kaolen-Sepiyolit Katkılı Kordiyerit Üretimi”, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Uşak Mühendislik Fakültesi, Seramik Mühendisliği Bölümü, Mezuniyet Tezi, Afyon.
- Öztürk Muhammet, 2007, SiC İlaveli Alümina Seramik Kompozitler, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 147s, Sakarya.
- Patnaik, 2002, Handbook Of Inorganic Chemicals, Mcgraw-Hill, 1125s.
- Ristig, Cibura S N, Strunk J, 2015, Manganese Oxides In Heterogeneous (Photo) Catalysis, Possibilities And Challenges, Green, 5.
- Robinson DM, Go YB, Mui M, Gardner G, Zhang, Mastrogiovanni D, Garfunkel E, Li J, Greenblatt M, Dismukes GC, 2013, Photochemical Water Oxidation By Crystalline Polymorphs Of Manganese Oxides: Structural Requirements For Catalysis, Journal Of The American Chemical Society, 135, 3494–3501.
- Taşkin E, 2005, Boksitten Alümina Ekstraksiyonuna Mekanik Aktivasyonun Etkisi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2005.
- Yildirim I, 2002, Al₂O₃ ve SiC’ün Mukavemet Özellikleri Üzerine Üretim Şartları ve Bileşimin Etkisi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İstanbul.
- Yürüyen Süha, 2011, Talk-Kaolen-Alumina Seramik Sisteminde Kordiyerit Oluşumuna Mekanik Aktivasyonun Etkisi Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, 89s, Sakarya.