

**TOBB EKONOMİ VE TEKNOLOJİ ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ZIRH UYGULAMALARINA YÖNELİK GRAFEN KATKILI SiC SERAMİK  
KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Burcu YILMAZ**

**Mikro ve Nanoteknoloji  
Anabilim Dalı**

**Tez Danışmanı: Doç. Dr. Z. Gökür BÜKE**

**EKİM 2020**



## TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, alıntı yapılan kaynaklara eksiksiz atıf yapıldığını, referansların tam olarak belirtildiğini ve ayrıca bu tezin TOBB ETÜ Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlandığını bildiririm.

Burcu YILMAZ



## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### ZIRH UYGULAMALARINA YÖNELİK GRAFEN KATKILI SiC SERAMİK KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Burcu Yılmaz

TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Mikro ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Z. Göknur Büke

Tarih: Ekim 2020

Basınçsız sinterlenmiş SiC seramiklerin girinti kırılma tokluğunu artırmak için indirgenmiş grafen oksit (iGO) katkı malzemesi olarak kullanılmış; eklenen iGO oranının mekanik özelliklere (sertlik, mukavemet ve girinti kırılma tokluğu) ve mikroyapıya etkileri detaylı taramalı elektron mikroskop (SEM), X-Işını kırınımı (XRD) ve metalografik mikroskopi ile incelenmiştir. Çalışmalar, iGO ağırlıkça %2.5'a kadar arttıkça yoğunluk düşerken, girinti kırılma tokluğunun arttığını göstermiştir. Eğilme ve Brezilyan mukavemeti ise başlangıçta artmış ve ardından iGO içeriği ağırlıkça %1.5'den %2.5'a yükseldikçe azalmıştır. Mikro sertlik ise artan iGO oranıyla azalmıştır. Detaylı mikroyapı incelemeleri ile iGO katkılamının tokluk arttırıcı mekanizmalara etkileri tartışılmış, grafen katkılı SiC kompozitlerde yapı-balistik performans arasındaki ilişki irdelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Silisyum karbür, Seramik matrisli kompozit, İndirgenmiş grafen oksit, Basınçsız sinter.



## ABSTRACT

Master of Science

PROCESSING AND CHARACTERIZATION OF GRAPHENE REINFORCED

SiC CERAMIC COMPOSITES FOR ARMOUR APPLICATIONS

Burcu Yılmaz

TOBB University of Economics and Technology  
Institute of Natural and Applied Sciences  
Micro and Nanotechnology Science Programme

Supervisor: Assoc. Prof. Z. Gökür Bük

Date: October 2020

To improve the fracture toughness of pressureless-sintered SiC ceramic, reduced graphene oxide (rGO) was used as the reinforcement nanomaterial. The effects of rGO content on the mechanical properties (fracture toughness, bending strength, hardness) and microstructure were investigated using scanning electron microscopy, X-Ray diffraction and metallographic microscopy. Studies showed that as the weight percentage of rGO increased up to %2.5, density decreased and the fracture toughness increased. Bending and Brazillian strength increased initially, and then decreased with the rGO content increasing from 1.5 to 2.5 wt%. Hardness decreased with increasing rGO additive rate. With the detailed characterization studies toughening mechanisms were discussed and the structure - ballistic performance relationship is scrutinized for iGO-SiC composites.

**Keywords:** Silicon carbide, Ceramic matrix composite, Reduced graphene oxide, Pressureless Sintering.





## TEŞEKKÜR

Lisans eğitimim esnasında sunduğu imkanlarla kendimi geliştirmemde çok büyük etkisi olduğu için, yüksek lisans eğitimim esnasında ise kıymetli desteği, sabrı, yol göstericiliği ve en önemlisi bilimsel düşünme ve sorgulama tarzını öğrettiği, değerli bilgi, birikim ve tecrübeleriyle her daim beni desteklediği için Doç. Dr. Gökür Buke'ye,

Tüm hayatım boyunca maddi ve manevi hiçbir desteğini esirgemeyen, bugünlere gelmemi sağlayan, tüm başarılarımın arkasındaki en önemli desteği sağlayan canım anneme, babama,

Her zaman yanımda olduklarını hissettiğim ve beni her koşulda destekleyen Arda'ya, kardeşlerim Büşra ve Berkay'a,

Yüksek lisans'ın bana kazandırdığı Sırma'ya,

TOBB ETÜ Nano Malzemeler Grubu (NMG) üyelerine,

Tez çalışmamın gerçekleşmesini, "Grafen/Grafen Oksit Katkılı Mekanik ve Balistik Özellikleri İyileştirilmiş Yeni Nesil SiC Zırh Seramiklerinin Geliştirilmesi" başlıklı ve 3189328 numaralı projesi kapsamında TÜBİTAK SADE-GENEL Genel Çağrı destek programı ile sağlayan TÜBİTAK'a,

Yüksek lisans eğitim sürecimde bana Ar-Ge burs imkanı sağlayan TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi'ne,

Çalışmalarım süresince gerek bilgileri gerek imkânlarıyla hiçbir desteği esirgememiş hocalarıma,

Çok teşekkür ederim.



## İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>TEŞEKKÜR</b> .....	<b>vi</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>vii</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>ix</b>
<b>ÇİZELGE LİSTESİ</b> .....	<b>xii</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1 Tezin Amacı .....	2
<b>2. LİTERATÜR ÖZETİ</b> .....	<b>3</b>
2.1 SiC ve Özellikleri .....	3
2.2 SiC Seramiklerin Sinterlenmesi .....	4
2.2.1 Basıncısız sinterleme.....	5
2.3.1 Kimyasal eksfoliasyon ile grafen sentezi .....	9
2.3.2 Kimyasal eksfoliasyon ile sentezlenmiş grafenin karakterizasyonu .....	10
2.4 Grafen Katkılı Seramik Matrisli Kompozitler.....	14
2.5 SiC Seramiklerin Yapısal ve Mekanik Özelliklerinin Balistik Performansa Etkisi.....	22
<b>3. MALZEME VE YÖNTEM</b> .....	<b>25</b>
3.1 Malzemeler .....	25
3.1.1 Grafit tozu .....	25
3.1.2 Silisyum karbür tozu .....	26
3.1.3 Bor karbür tozu .....	27
3.1.4 Bağlayıcı tozlar .....	28
3.2 iGO Sentezi .....	29
3.3 iGO/SiC Kompozitlerin Hazırlanması .....	30
3.3.1 Toz karışımından granül hazırlanması .....	31
3.3.2 Granüllerin analizi.....	31
3.3.3 Şekillendirme ve ısıl işlem .....	32
3.4 Karakterizasyon.....	33
3.4.1 Optik mikroskop .....	33
3.4.2 Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) .....	33
3.4.3 Raman spektroskopisi .....	34
3.4.4 X- ışını difraksiyonu (XRD) .....	34
3.4.5 Yoğunluk.....	34
3.5 Mekanik Testler.....	35
3.5.1 Sertlik, elastik özellikler ve girinti kırılma tokluğunun belirlenmesi .....	35
3.5.2 Üç nokta eğme testi.....	36
3.5.3 Brezilyan test.....	36
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA</b> .....	<b>39</b>
4.1 Sentezlenen iGO'ların Karakterizasyonu .....	39
4.2 Granüllerin Karakterizasyonu .....	40
4.3 B <sub>4</sub> C Katkısının Sinterlemeye Etkisi .....	43
4.4 Isıl İşlem Sırasında Numunelerdeki Fiziksel Değişimler ve Yoğunluk .....	44

4.4.1 Ağırlıktaki deęişimler .....	44
4.4.2 Boyutlardaki deęişimler .....	46
4.4.3 Sinterleme sonrası yoğunluk .....	47
4.5 iGO/SiC Kompozitlerin Mekanik Özellikleri .....	53
4.5.1 Sertlik test bulguları .....	53
4.5.2 Dayanım test bulguları .....	55
4.5.3 Girinti kırılma tokluęunun belirlenmesi.....	56
<b>5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>61</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>67</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>73</b>



## ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2. 1: Sinterleme prosesinin şematik gösterimi. ....	4
Şekil 2. 2: (a) Basınçsız sinter fırınının şematik gösterimi, (b) basınçsız sinter yöntemi ile üretilen SiC seramik ürünler. ....	5
Şekil 2. 3 : Farklı sinterleme yöntemleri ile üretilen seramiklerin eğme dayanımları (MPa). ....	6
Şekil 2. 4: (a) Grafit ve (b) grafenin yapılarının şematik gösterimi. ....	7
Şekil 2. 5: Grafen sentez yöntemlerinin maliyet ve kalite parametrelerine göre. grafiği. ....	9
Şekil 2. 6: Liu ve arkadaşları tarafından PAA ve H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> kullanılarak grafen sentezlenmesinin şematik gösterimi. ....	10
Şekil 2. 7: Grafenin raman spektrumu. ....	11
Şekil 2. 8: GO'nun FT-IR spektrumu ve GO'nun içerdiği fonksiyonel grupların FT-IR değerleri. ....	12
Şekil 2. 9: Ayrılmış grafitin (EG), az katmanlı grafenin (FLG), GO'nun ve indirgenmiş GO'nun (RGO) XRD pikleri ve kırılım açılarının değerleri. ....	13
Şekil 2. 10: Farklı büyütme değerlerinde grafen tabakaların SEM görüntüleri. ....	14
Şekil 2. 11: GO çözeltisi (a), su içindeki alümina tozunun fotoğrafları (b), Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> süspansiyonuna (c) GO ilave edildikten sonra, hidrazin (d) kullanılarak hibrid karışımın indirgenmesi, (e) yükseklik profilli mika yüzeylerindeki pul pul dökülmüş GO tabakalarının AFM görüntüsü ve (f) GO/alumina tozunun SEM görüntüsü. ....	15
Şekil 2. 12: (a) Grafenin köprüleme mekanizması ile toklaştırma mekanizmasının SEM görüntüsü, (b) grafenin çekip çıkarma ve saptırma mekanizmaları ile seramik matrisi toklaştırmasının SEM görüntüsü. ....	16
Şekil 2. 13: EDX çizgi haritalandırması ile ağırlıkça %1 grafen katkılı SiC numunenin analizi. ....	17
Şekil 2. 14: (a) Katkısız SiC seramiklerin por dağılımını gösteren mikroyapı görüntüsü, (b) ağırlıkça %1 grafen içeren SiC numunenin mikroyapı görüntüsü. ....	18
Şekil 2. 15: (a) Katkısız SiC seramiklerin yırtılma açılmasını gösteren kırık yüzey görüntüsü, (b) ağırlıkça %1 grafen içeren SiC numunenin yırtılma açılmasını gösteren kırık yüzey görüntüsü. ....	18
Şekil 2. 16: SiC seramiklerin kırık yüzeyinde GPL'nin çatlak dallanma ile toklaştırma mekanizması. ....	19
Şekil 2. 17: (a) çatlak sapması, (b) çatlak köprülemesi ve (c) ve (d) rGO ayrışması ve farklı büyüklükte çekip çıkarma mekanizması. ....	19
Şekil 2. 18: Sinterlenmiş MLG/SiC kompozitinde toklaştırma mekanizmaları: (a) MLG nano-tabaka çekme ve (b) çatlak köprüleme. ....	20
Şekil 2. 19: SiC kompozitlerin 100 N'de Vickers sertlik izi ile oluşan çatlakların FESEM görüntüleri: (a), (b) hacimce % 10 GNP ve (c), (d) hacimce % 20 GNP. ....	21
Şekil 2. 20: Farklı gerilme oranlarında yapılan testleri gösteren şema. ....	22

Şekil 3. 1: Satın alınan grafit tozunun (a) farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri, (b) XRD piklerini gösteren grafik ve (c) Raman spektrumu. ....	25
Şekil 3. 2: Satın alınan SiC tozunun (a) bir yüzeye dökülerek çekilmiş görüntüsü, (b) SEM görüntüsü, (c) XRD piklerini gösteren grafik, (d) Raman spektrumu. ....	26
Şekil 3. 3: B <sub>4</sub> C tozunun (a) bir yüzeye dökülerek çekilmiş görüntüsü, (b) SEM görüntüsü, (c) XRD piklerini gösteren grafik. ....	27
Şekil 3. 4: Basınçsız sinter deneylerinde kullanılan (a) fenolik reçine ve (b) PEG'in bir yüzeye dökülerek çekilen görüntüleri, (c) fenolik reçine ve (d) PEG'in TGA grafikleri. ....	29
Şekil 3. 5: iGO sentez basamakları. ....	30
Şekil 3. 6: Deneysel üretim prosesinin şematik gösterimi. ....	30
Şekil 3. 7: iGO katkılı SiC granüllerin hazırlanması (a) etli alkol içerisinde dağıtılmış iGO'lar, (b) bağlayıcıların, tozların ve iGO'nun mekanik olarak karıştırılarak çamur haline getirilmesi, (c) çamurun vakumlu etüvde kurutulması, (d) elle öğütülen toz karışımı, (e) 600 µm gözenekli elekten elenmiş granüller. ....	31
Şekil 3. 8: (a) Tozların şekillendirilmesi için kullanılan pres, (b) 3 nokta eğme test numunesi (c) Brezilyan test numunesi. ....	32
Şekil 3. 9: (a) Şekillendirilen numunelerin sinterlenmesi için kullanılan sinter fırını, (b) Sinterlenmiş Brezilyan test numunesi, (c) sinterlenmiş 3 nokta eğme test numunesi. ....	33
Şekil 3. 10: (a) Vickers sertlik izinin şematik görünümü, sertlik testi sonrası parlatılmış numune yüzeyinde oluşan sertlik izinin (b) OM görüntüsü, (c) SEM görüntüsü. ....	35
Şekil 3. 11: 3 nokta eğme test düzeneğinin şematik gösterimi. ....	36
Şekil 3. 12: : Brezilyan test düzeneğinin şematik gösterimi. ....	37
Şekil 4. 1: (a) Grafit tozu ve grafit tozundan sentezlenen iGO'ların raman spektrumları, (b) ve (c) iGO'ların farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri, (d) ve (e) grafit tozunun farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri. ....	39
Şekil 4. 2: Sentezlenen GO ve iGO'lara ait FTIR spektrumları. ....	40
Şekil 4. 3: Farklı iGO katkı oranlarına sahip granüllerin SEM görüntüleri, (a) 0G, (b) 1G, (c) 0G, (d) 1G, (e) 2.5G ve (f) 7.5G. ....	41
Şekil 4. 4: Farklı iGO içeren granüllerin XRD piklerini gösteren grafik. ....	43
Şekil 4. 5: (a) B <sub>4</sub> C ilave edilerek, (b) B <sub>4</sub> C ilave edilmeden elde edilen numunelerin farklı büyütme oranlarında kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri. ....	44
Şekil 4. 6: Farklı iGO içeren granüllerin TGA eğrileri. ....	45
Şekil 4. 7: Farklı oranlarda iGO içeren numunelerin dewax öncesi ve sinter sonrası ağırlık farkının ölçülmesi ile oluşturulan ağırlık kaybı grafiği. ....	46
Şekil 4. 8: 3 nokta eğme test numunesinin boyut ölçümlerinin yapıldığı bölgelerin şematik gösterimi. ....	47
Şekil 4. 9: Artan iGO katkı oranına göre (a) en, boy, kalınlık çekme oranlarını ve (b) hacimsel çekme oranını gösteren grafikler. ....	47
Şekil 4. 10: Artan iGO katkı oranına göre hesaplanan ve Arşimet yöntemi ile ölçülen yoğunlukları gösteren grafik. ....	49
Şekil 4. 11: Farklı oranlarda iGO içeren sinterlenmiş numunelerin XRD piklerini gösteren grafik. ....	49
Şekil 4. 12: 0G numunesine ait (a) OM görüntüsü, (b) SEM görüntüsü, (c) dağlama sonrası OM görüntüsü, 1.5G numunesine ait (d) OM görüntüsü, (e) SEM görüntüsü, (f) dağlama sonrası OM görüntüsü ve 2.5G numunesine ait (g) OM görüntüsü, (h) SEM görüntüsü, (i) dağlama sonrası OM görüntüsü. ....	50

Şekil 4. 13: 1.5G numunesinin kırık yüzeyinden alınan EDS sinyalleri.....	51
Şekil 4. 14: 1.5G numunesinin kırık yüzeyine yapılan haritalandırma sonucu C ve SiC yoğunlukları. ....	52
Şekil 4. 15: (a) 0G ve (b) 1.5G numunelerinin kırık yüzeylerinde tane sınırının SEM görüntüleri. ....	53
Şekil 4. 16: Artan iGO içeriğine göre numunelerin sertlik değişimlerini gösteren grafik. ....	53
Şekil 4. 17: Farklı iGO katkı oranları ile hazırlanmış numunelerin SEM ve OM görüntüleri, (a) 0G, (b) 1G, (c)1.5G ve (d) 2.5G. ....	54
Şekil 4. 18: 2.5G numunesinin girinti (indentation) metalografik SEM görüntüsü...	55
Şekil 4. 19: Artan iGO içeriğine göre numunelerin eğme dayanımı ve Brezilyan dayanımını gösteren grafikler. ....	56
Şekil 4. 20: Artan iGO içeriğine göre numunelerin girinti kırılma tokluğunu gösteren grafik. ....	58
Şekil 4. 21: Numunelerde gözlemlenen çeşitli tokluk artırıcı mekanizmalar, (a) yırtılma açılması ve iGO kopması, (b) iGO çıkması, (c), (d), (e), (f) çatlak köprüleme.....	59
Şekil 5. 1 Tez çalışması için izlenen adımlar. ....	62





## ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 2. 1: Silisyum karbür özellikleri. ....	3
Çizelge 2. 2: Farklı sinter yöntemleri ile üretilen SiC seramiklerin özellikleri .....	6
Çizelge 2. 3: Farklı grafen sentez yöntemleri ile elde edilen karbon yapılarının boyutunu ve uygulama alanlarını gösteren tablo .....	8
Çizelge 2. 4: Grafen oksitinin FT-IR pikleri ve değerleri .....	12
Çizelge 2. 5: Literatür özeti.....	21
Çizelge 2. 6: Malzeme özelliklerinin balistik performansa etkisi .....	22
Çizelge 3. 1 Satın alınan grafit tozunun özellikleri.....	25
Çizelge 3. 2: Satın alınan SiC tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri. ....	26
Çizelge 3. 3: Satın alınan B <sub>4</sub> C tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri.....	27
Çizelge 3. 4: Satın alınan PEG'in özellikleri. ....	28
Çizelge 3. 5 : Satın alınan fenolik reçinenin özellikleri. ....	28
Çizelge 4. 1: Farklı iGO içeren toz karışımlarının malzeme katkı oranları .....	40
Çizelge 4. 2 : Farklı iGO içeren granüllerin kap dolun yoğunlukları, tane boyutları ve homojenite değerleri .....	42
Çizelge 4. 3: Farklı iGO içeren numunelerin dewax öncesi ilk ağırlığı, sinter sonrası son ağırlığı, reçine+PEG miktarı ve ağırlık kaybı değerleri .....	46
Çizelge 4. 4 Karışım kuralı .....	48
Çizelge 4. 5: Sinter sonrası numunenin son ağırlık ve hacim ölçümlerinden hesaplanan ve Arşimet Yöntemi ile ölçülen yoğunlukları .....	48
Çizelge 4. 6: Sinter sonrası numunelerin kalınlık, yoğunluk, boyuna ve enine ses hızı, Poisson oranı ve elastik modül değerleri .....	57
Çizelge 5. 1: Saint Gobain firması tarafından üretilen farklı özelliklerdeki SiC seramik malzemeler .....	65
Çizelge 5. 2: Farklı iGO içeriğine sahip numunelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini gösteren özet tablo .....	65



## KISALTMALAR

<b>SiC</b>	: Silisyum Karbür (Silicon carbide)
<b>SPS</b>	: Spark Plazma Sinterlemesi (Spark Plasma Sintering)
<b>GPLs</b>	: Grafen Plateletler (Graphene Platelets)
<b>GO</b>	: Grafen Oksit (Graphene Oxide)
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	: Aluminyum Oksit/Alumina (Aluminium Oxide)
<b>B<sub>4</sub>C</b>	: Bor karbür (Boron carbide)
<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	: Silisyum Nitrür (Silicon Nitride)
<b>XRD</b>	: X-Işını Kırınımı (X-Ray Diffraction)
<b>SEM</b>	: Taramalı Elektron Mikroskopu (Scanning Electron Microscopy)
<b>KNF</b>	: Karbon Nanofiber (Carbon Nanofiber)
<b>MGN</b>	: Çok Katmanlı Grafen Tabakaları (Multilayer Graphene Sheet)
<b>SiO<sub>2</sub></b>	: Silisyum Dioksit (Silicon Dioxide)
<b>VDW:</b>	: Van Der Waals
<b>HNO<sub>3</sub></b>	: Nitrik Asit (Nitric Acid)
<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	: Sülfirik Asit (Sulfuric Acid)
<b>N<sub>2</sub>H<sub>4</sub></b>	: Hidrazin (Hydrazin)
<b>H<sub>2</sub>S</b>	: Hidrojen Sülfid (Hydrogen sulfide)
<b>rGO</b>	: İndirgenmiş Grafen Oksit (Reduced Graphene Oxide)
<b>CVD</b>	: Kimyasal Buhardan Çöktürme (Chemical Vapor Deposition)
<b>KClO<sub>3</sub></b>	: Potasyum Klorat (Potassium Chlorate)
<b>KMnO<sub>4</sub></b>	: Potasyum Permanganat (Potassium Permanganate)
<b>(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub></b>	: Amonyum Persülfat (Amonium Persulfate)
<b>Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub></b>	: Sodyum Persülfat (Sodium Persulfate)
<b>PAA</b>	: Peroksiasetik Asit (Peroxiacetic Acid)
<b>FTIR</b>	: Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopisi (Fourier Transform Infrared Spectroscopy),
<b>AFM</b>	: Atomik Kuvvet Mikroskopisi (Atomic Force Microscopy)
<b>TEM</b>	: Transmisyon Elektron Mikroskopu (Transmission Electron Microscopy)
<b>TGA</b>	: Termogravimetrik Analiz (Termal Gravimetric Analys)
<b>CTE</b>	: Termal Genleşme Katsayısı
<b>TiB<sub>2</sub></b>	: Titanyum Diborür (Titanium Diboride)
<b>GNPs</b>	: Grafen Nanoplateletler (Graphene Nanoplatelets)
<b>GNSs</b>	: Grafen Nanotabakalar (Graphene Nanosheets)
<b>PEG</b>	: Polietilen Glikol (Polyethylene glycol)
<b>HP</b>	: Sıcak Pres (Hot Press)



## SEMBOL LİSTESİ

Bu çalışmada kullanılmış olan simgeler açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
$\mathcal{V}_{ts}$	Tane Sınır Enerjisi
$\mathcal{V}_{ye}$	Yüzey Enerjisi
$\rho$	Yoğunluk
$\nu$	Poisson Oranı
$c$	Ses Hızı
$V_L$	Boyuna Ses Hızı
$V_T$	Enine Ses Hızı
$H$	Sertlik
$P$	Uygulanan Kuvvet
$E$	Elastik Modül
$K_{IC}$	Girinti Kırılma Tokluğu
$\sigma$	Dayanım
$T$	Sıcaklık



## 1. GİRİŞ

Silisyum karbür (SiC) seramikler yüksek sertliği, yüksek aşınma direnci, kimyasallara ve yüksek sıcaklığa dayanıklılığından dolayı birçok uygulamada kullanılmaktadır [1]. SiC seramiklerin en önemli kullanım alanlarından biri kişisel koruyucu balistik zırhlardır. Kişisel koruyucu balistik zırhlar, silah atışlarında hayatta kalma oranını artırmak amacı ile kullanılmaktadır. Silah atışlarında gittikçe artan tehdit seviyelerine karşı geleneksel metal zırhların yerini seramik plakalı kompozit zırhlar almıştır. Seramik plakalı kompozit zırhların en önemli avantajı seramik plakanın ve kompozit arka yüzeyin düşük yoğunluğundan dolayı daha hafif olmasıdır. Seramik zırhların dezavantajı ise çoklu atışlar esnasında meydana gelen kırılma davranışıdır. Seramik plakaların çoklu atışlarda gösterdiği kırılma davranışının iyileştirilebilmesi için kırılma mekanizmasının kontrol edilmesi gerekmektedir [2]. Kırılma davranışını kontrol etmek için kullanılan en önemli yöntem ise seramik matrisli kompozitlerin geliştirilmesidir.

Son yıllarda grafenin üstün mekanik özelliklerinden dolayı seramik matrislere grafen ya da grafen oksit (GO) katkılanması ile ilgili literatürde birçok çalışma raporlanmıştır. Literatürde yapılan çalışmalarda alumina ( $Al_2O_3$ ) bor karbür ( $B_4C$ ), SiC ve silisyum nitrür ( $Si_3N_4$ ) gibi seramikler kompozit matris olarak kullanılmıştır [3-5]. Genel olarak bu çalışmalarda grafenin katkılanmasıyla sertlik ve mukavemette düşüş görülürken, daha düşük yoğunlukla, kırılma tokluğunda iyileşme kaydedilmiştir. Bu iyileşme balistik uygulamalar için oldukça ümit vaat etmekle birlikte bu alanda halen sınırlı sayıda tekrarlanabilir çalışma vardır. Bu kompozitlerin uygulamaya alınması için süreç parametlerinin, yapının mekanik özelliklere etkilerinin, mekanizmaların anlaşılması ve kontrollü, tekrarlanabilir şekilde kompozitlerin üretim tekniklerinin geliştirilmesi büyük önem arz etmektedir.

Seramikler arasında nispeten düşük yoğunluğa sahip ( $2.5-3.3 \text{ g/cm}^3$ ) SiC,  $B_4C$ ,  $Si_3N_4$  gibi oksit olmayan malzemeler, daha hafif balistik malzemeler elde etmek için kullanılmaktadır. Bu malzemeler yüksek sertlik, elastik modül ve dayanıma sahip olmasına rağmen genellikle pahalı ve çok verimli olmayan sıcak presleme yöntemi ile

üretilmektedirler. Fakat SiC seramikler sıcak presleme yöntemine göre daha az maliyetli olan basınçsız sinter yöntemi ile de üretilebilmektedir [6-8].

## 1.1 Tezin Amacı

Bu tez çalışmasının ana amacı, zırh uygulamalarına yönelik grafen katkılı SiC seramik kompozitlerin geliştirilmesidir. Zırh uygulamalarında kullanılacağından, maliyeti nispeten düşük olan basınçsız sinter yöntemi ile grafen katkılı SiC seramiklerin hazırlanması ve grafen katkı miktarının geliştirilen kompozitin mekanik özellikleri üzerindeki etkisinin araştırılması amaçlanmıştır. Bu kapsamda, bu tez çalışmasının hedefleri şöyle özetlenebilir:

- Maliyeti uygun indirgenmiş grafen oksit (iGO) yaprakçıklarının sentezlenmesi ve karakterize edilmesi
- Sentezlenen iGO'ların çeşitli katkı oranlarında SiC matrisi içinde dağıtılması ile kompozitlerin oluşturulması ve oluşturulan kompozitlerin yapılarının karakterizasyonu
- Farklı oranlarda iGO katkılanarak hazırlanan seramik kompozitlerin fiziksel (yoğunluk) ve mekanik (sertlik, mukavemet ve kırılma tokluğu gibi) özelliklerinin belirlenmesi
- iGO katkısının fiziksel özellikleri yapıya ve kırılma mekaniğine etkilerinin anlaşılması; grafen katkılı SiC kompozitlerde yapı-balistik performans arasındaki ilişkinin irdelenmesi



## 2. LİTERATÜR ÖZETİ

### 2.1 SiC ve Özellikleri

SiC, silisyum (Si) ve karbon (C) atomları arasındaki yüksek kovalent (% 88'e kadar) kimyasal bağlanma sayesinde yüksek oksidasyon direnci, yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek aşınma direnci, yüksek termal iletkenlik ve termal şok direnci gibi üstün özellikler sergilemektedir. Çizelge 2.1'de verilen bu özellikleri nedeniyle endüstride sıklıkla kullanılan önemli bir malzemedir.

Çizelge 2. 1: Silisyum karbür özellikleri [9].

Ortalama yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	3,1-3,3
Su emiciliği (%)	0
Vickers sertliği (MPa)	2000-2600
Kırılma tokluğu (MPa.m <sup>1/2</sup> )	2-5*
Eğme dayanımı (MPa)	≥350*
E-modülü (GPa)	~380-450*

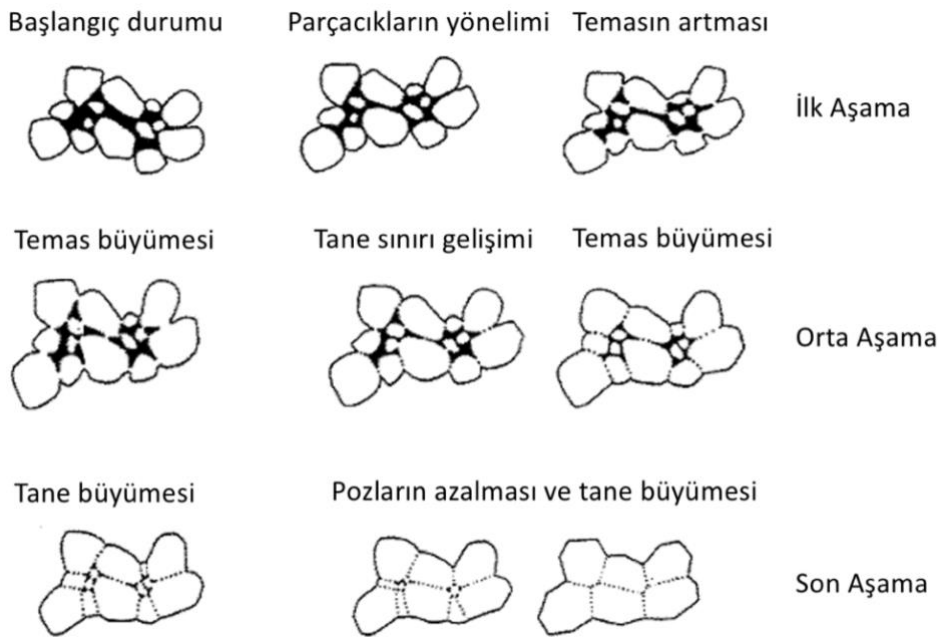
\*Üretim yöntemine bağlı olarak değişmektedir.

Sinterlenmiş SiC seramikler de sahip olduğu yüksek sertlik, yüksek dayanım, yüksek termal iletkenlik, yüksek aşınma ve korozyon direnci gibi özelliklerinden dolayı balistik zırhlar, kesici takımlar, rulmanlar, mekanik contalar, türbin parçaları, ısı değiştiriciler gibi çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır [9]. SiC seramikler geniş kullanım alanına sahip olmasına rağmen düşük kırılma tokluğu ve yüksek kırılma tokluğu nedeniyle SiC'in kullanım alanları sınırlanmaktadır. SiC seramiklerin kırılma tokluğunu arttırmak ve kırılma tokluğunu azaltmak için kısa ve uzun karbon fiber takviyeleri kullanılmıştır. Ayrıca, kimyasal buhar sızdırması, sıvı polimer sızdırması, eriyik sızdırması ve spark plazma sinterlemesi gibi çeşitli teknikler de kırılma tokluğunu arttırmak ve kırılma tokluğunu azaltmak için kullanılmaktadır. Son yıllarda, karbon nanotüpler (KNT) ve karbon nanofiberler (KNF) düşük yoğunluğu, yüksek en-boy oranı, yüksek çekme dayanımı ve elastik modülü gibi özelliklerinden dolayı mikro taneli seramikler için tokluk artırıcı katkı maddesi olarak kullanılmaya başlanmıştır. KNT ve KNF'lerin yanında GO, GNP, çok katmanlı grafen tabakaları

(MGN) gibi grafen bazlı nanoyapıların toklaştırma mekanizmalarını geliştirme kapasitelerinin yüksek olması nedeniyle ileri seramiklerin toklaştırılması için takviye malzemesi olarak kullanılması ilgi çekmektedir.

## 2.2 SiC Seramiklerin Sinterlenmesi

Sinterleme, termal enerjinin etkisi altında tozlardan malzeme ve bileşen oluşturma işlemidir. Toz sinterleme işlemi temel olarak üç aşamadan oluşmaktadır. Bunlar Şekil 2.1’de gösterilen başlangıç aşaması olan ilk aşama, orta aşama ve son aşamalarıdır. İlk aşamada taneler arasında içbükey boyunlar oluşmaya başlar. Yoğunlaşma oranı azdır ve genel olarak %10’un üzerinde gözeneklilik içerir. İkinci aşama olan orta aşamada taneler arasında temas artar ve taneler büyümeye başlar. Yapısal olarak iç içe geçen üç boyutlu bir ağ şeklindedir ve kanal benzeri gözeneklere rastlanır. Yoğunlaşmanın çoğu bu orta aşamada meydana gelir. Son aşamada ise tane büyümesiyle birlikte kapalı gözenek oranı azalır ve yoğunlaşma tamamlanır [10].



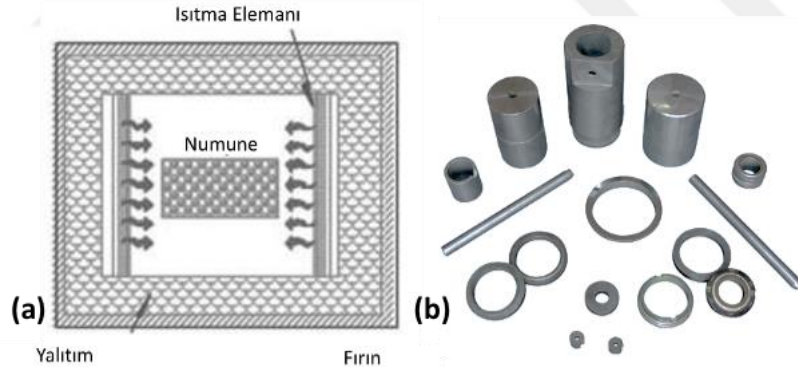
Şekil 2. 1: Sinterleme prosesinin şematik gösterimi [10].

Genellikle sinterleme katı hal sinterleme ve sıvı faz sinterlemesi olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Katı sinterleme, toz taneleri sinterleme işlemi sırasında katı bir halde birleştirildiğinde gerçekleşir, sıvı faz sinterlemesi ise işlem sırasında bir sıvı faz oluştuğunda gerçekleşir. Bu tez kapsamında basınçsız sinter çalışıldığından, bir sonraki kısımda bu konu üzerinde durulmuştur.

### 2.2.1 Basınçsız sinterleme

SiC'ün basınçsız sinterlemesi ilk olarak Prochazka tarafından Şekil 2.2'de gösterilen fırında katı hal sinterleme mekanizması yoluyla bor (B) ve karbon (C) kullanılarak yapılmıştır [11]. SiC'ün basınçsız sinterlenmesindeki en büyük sorun yüksek tane sınır enerjisi ve yüzey enerji oranıdır ( $\gamma_{ts} / \gamma_{ye}$ ). Bu sorunun üstesinden gelmek için sinter yardımcısı olarak B kullanılmaktadır. Sinterleme esnasında bor SiC toz tanelerinin yüzey enerjisini azaltmakta ve daha düşük sıcaklıklarda basınçsız sinterlemeyi mümkün hale getirmektedir. Sinter prosesinde B elementi kullanılmakta ya da B elementi sinter esnasında borlu bileşiklerden elde edilmektedir. Diğer bir sinter yardımcısı olan karbon ise SiC tozların yüzeyinde bulunan silisyum dioksit ( $\text{SiO}_2$ ) tabakası ile reaksiyona girerek SiC toz yüzeyini temizlemekte ve sintere uygun hale getirmektedir.

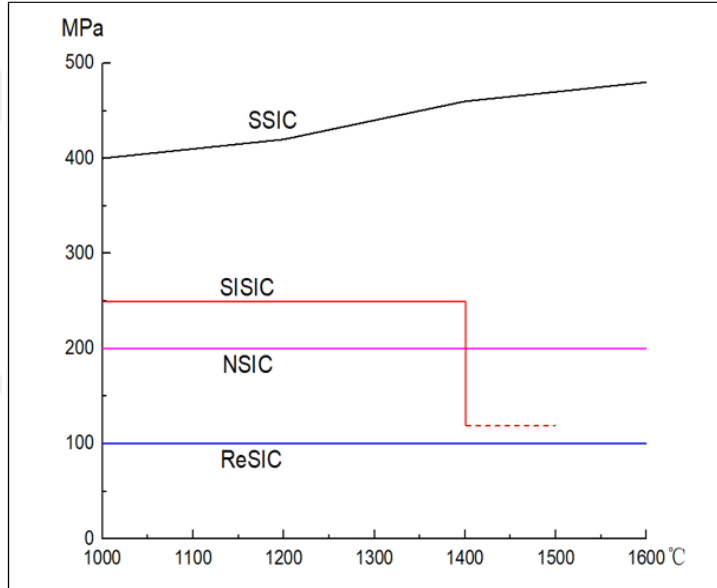
SiC'ün basınçsız sinterlenmesinde sinter yardımcı malzemeler kullanılması nedeniyle mikro yapıda % 5 civarında porozite kalmaktadır. Yapıda porozitelerin olması, SiC'in mekanik özelliklerinin, dayanımının, elastik modülünün ve sertliğinin teorik hesaplamalardan daha düşük değerlerde olmasına sebep olmaktadır [6].



Şekil 2. 2: (a) Basınçsız sinter fırınının şematik gösterimi, (b) basınçsız sinter yöntemi ile üretilen SiC seramik ürünler [12].

Basınçsız sinterlenmiş SiC seramikler mikroyapısında porozite bulundurmasına rağmen diğer sinter yöntemleri ile üretilmiş SiC seramiklere göre Şekil 2.3'te gösterildiği gibi daha yüksek eğme dayanımı göstermektedir. Bu nedenle balistik seramikler basınçsız sinter yöntemi ile elde edilmektedir. Farklı sentez yöntemleri ile elde edilmiş SiC seramiklerin özelliklerinin karşılaştırılması Çizelge 2.2'de verilmiştir. Farklı özellikleri nedeniyle farklı sinter yöntemleri ile elde edilen seramiklerin uygulama alanları da farklılık göstermektedir. Atmosferik basınçta

(basınçsız) sinterlenmiş SiC (SSiC) sızdırmazlık halkaları, şaft kovanları, yüksek sıcaklık nozulları, fırın mobilyaları, kurşun geçirmez levhalar, korozyona dayanıklı cihazlar gibi uygulamalarda kullanılmaktadır. Reaksiyon sinterlenmiş silisyumkarbür (SiSiC) fırın kirişleri, makara çubukları, alev nozulları, alev dağıtıcıları, soğuk hava kanalları, brülör plakaları, difüzyon tüpleri, katalizörler ve koruma tüpü gibi uygulamalarda kullanılmaktadır. Yeniden kristalize edilmiş silisyum karbür (ReSiC) kirişler, dökme levhalar, balık plakaları, merdane çubukları gibi fırın ekipmanları üretmek için kullanılır. Silisyum nitür (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) bağlı silisyum karbür (NSiC) potalar, balık plakaları, erimiş metal işleme, eritme platinleri gibi uygulamalarda kullanılmaktadır [13].



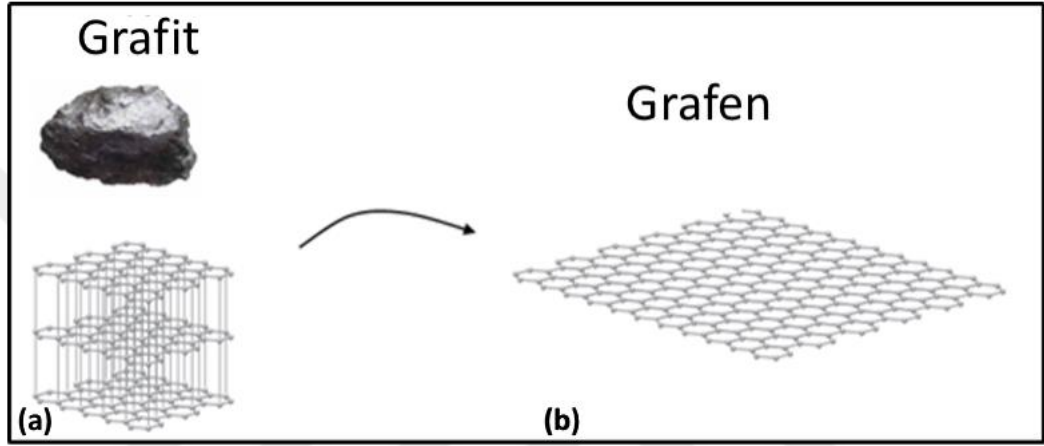
Şekil 2. 3 : Farklı sinterleme yöntemleri ile üretilen seramiklerin eğme dayanımları (MPa) [Url-1].

Çizelge 2. 2: Farklı sinter yöntemleri ile üretilen SiC seramiklerin özellikleri [Url-1].

	SSiC	SiSiC	ReSiC	NSiC
Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	3.1	3.0	2.7	2.78
Porozite (%)	<0.1	<0.1	15	10
Elastik Modül (Gpa)	420	330	240	240
Eğme Dayanımı (Mpa)	400	250	100	200
Termal Genleşme (10 <sup>-6</sup> /K)	4.1	4.5	4.8	5.0
Termal İletkenlik (W/m.K)	70	160	24	15
Max. Kullanım Sıcaklığı (°C)	1600	1380	1650	1550

### 2.3 Grafen ve Sentezi

Grafen 0.142 nm'lik karbon-karbon bağ uzunluğuna sahip birbirlerine kovalent olarak bağlanmış altıgenlerden oluşan tek atom kalınlığında iki boyutlu (2B) bir karbon allotropudur. 3 boyutlu (3B) kristal yapısına sahip olan grafit ise aralarında 0.335 nm mesafe bulunan grafen tabakalarının zayıf van der waals (VDW) kuvvetleri ile biraraya gelmesi ile oluşmaktadır [14]. 2B grafen ve 3B grafit yapıları Şekil 2.4'te gösterilmiştir.



Şekil 2. 4: (a) Grafit ve (b) grafenin yapılarının şematik gösterimi [15].

Grafen sahip olduğu özellikleri nedeniyle araştırmalarda ilgi çekmektedir ve birçok araştırmacı grafen sentez yöntemleri üzerine çalışmaktadır. Grafen ilk olarak mekanik eksfoliasyon yöntemi ile elde edilmiştir. Bu yöntem grafit tabakaları arasındaki VDW bağlarının scotch bant yardımı ile koparılarak grafen tabakalarının ayrışmasını sağlamaktadır [15]. Mekanik eksfoliasyon yöntemi ile kolay bir şekilde grafen elde edilmesinin yanı sıra bu yöntemin seri üretime uygun olmayışı araştırmacıları farklı sentez yöntemleri geliştirmeye teşvik etmiştir.

Sentez yöntemleri yukarıdan aşağıya ve aşağıdan yukarıya olmak üzere iki ana yaklaşım ile geliştirilmiştir. Yukarıdan aşağıya yaklaşım ile grafen sentezi mekanik eksfoliasyon yöntemi ile benzer şekilde grafit yapısında bulunan VDW bağlarının zayıflatılarak grafen tabakalarının ayrıştırılması temeline dayanmaktadır [16]. Bu yaklaşımla ayrılan grafen tabakalarının tekrar bir araya gelmesinin önlenmesi gerekmektedir.

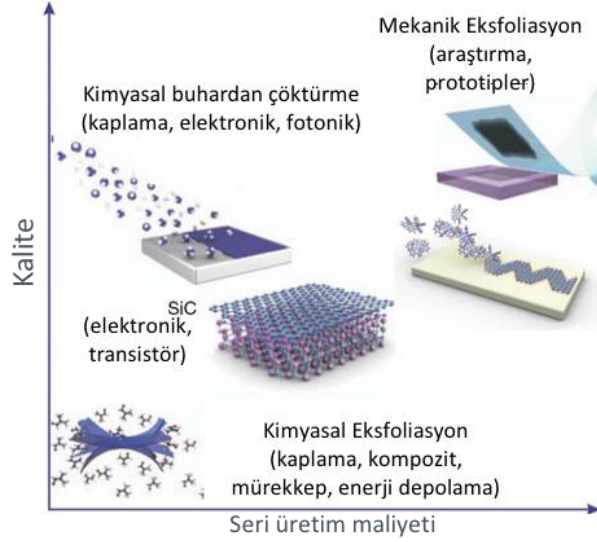
Grafen sentezi için kullanılan bir diğer yöntem ise çeşitli kaynaklardan elde edilen C atomlarının bir araya getirilerek grafen tabakalarının oluşturulmasıdır. Bu sentez yöntemi aşağıdan yukarıya yaklaşım olarak adlandırılmaktadır. Aşağıdan yukarıya yaklaşım geniş yüzey alanına sahip grafen tabakaların üretimi için uygun olmasa da grafen kuantum noktaların (GQDs) sentezlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır [17].

Grafen sentezinde kullanılan bu çeşitli yöntemler ile farklı özelliklere sahip grafen tabakaları elde edilebilmektedir. Bu nedenle grafenin kullanım alanına göre sentez yönteminin belirlenmesi gerekmektedir. Farklı grafen sentez yöntemleri ile elde edilen karbon yapılarının boyutunu ve uygulama alanlarını gösteren tablo Çizelge 2.3'te verilmiştir.

Çizelge 2. 3: Farklı grafen sentez yöntemleri ile elde edilen karbon yapılarının boyutunu ve uygulama alanlarını gösteren tablo [18].

Yöntem	Kristal Boyu ( $\mu\text{m}$ )	Numune Boyu (mm)	Uygulamalar
Mekanik Ayırıştırma	>1000	>1	Bilimsel araştırma
Kimyasal Ayırıştırma	<0,1	Kalın	Kaplamalar, boyalar, enerji depolama, biyo uygulamalar
Grafen Oksitten İndirgeme	~100	Kalın	Kaplamalar, boyalar, enerji depolama, biyo uygulamalar
CVD	1000	~1000	Fotonik, nano elektronikler, biyo uygulamalar
Epitaksiyel Büyütme	50	100	Yüksek frekanslı transistörler ve diğer elektronik cihazlar

Sentez maliyeti ve seri üretime uygunluğu göz önünde bulundurulduğunda (Şekil 2.5), kompozit malzemelerde takviye malzemesi olarak kullanılan grafen için en uygun sentez yöntemi kimyasal eksfoliasyon yöntemidir. Bu tez çalışması da kompozitleri kapsadığından bir sonraki kısımda kimyasal eksfoliasyon yöntemi üzerinde durulmuştur.



Şekil 2. 5: Grafen sentez yöntemlerinin maliyet ve kalite parametrelerine göre grafiği [18].

### 2.3.1 Kimyasal eksfoliasyon ile grafen sentezi

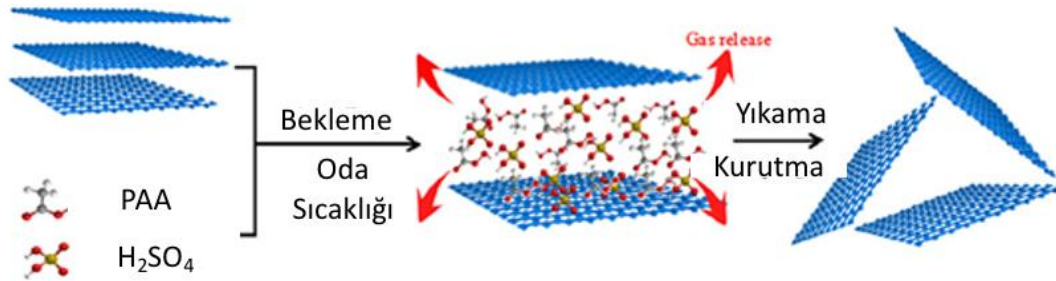
Kimyasal eksfoliasyon ile grafen sentezi seri üretim için en uygun yöntemlerden biridir. Kimyasal eksfoliasyon yönteminde grafen elde edilmesi için koloidal süspansiyon içerisinde grafit katmanlarına ayrıştırılır. Kimyasal eksfoliasyon yöntemi ile sentezlenen grafen polimer kompozitlerinde, enerji depolama uygulamalarında ve iletken elektrot uygulamalarında kullanılmaktadır.

1962 yılında Boehm ve arkadaşları, ilk kez grafitten rGO elde etmişlerdir. Boehm ve arkadaşlarının kullandığı yöntem, grafitin çeşitli kimyasallar ile oksitlenmesi ve oksitlenen grafitin sonikasyon ile katmanlarına ayrıştırılması ardından GO'nun grafene indirgenmesi aşamalarını içermektedir [19].

GO sentezi için Brodie yöntemi [19], Staudenmaier yöntemi [20] ve Hummers ve Offeman yöntemi [21]. olmak üzere üç farklı yöntem kullanılmaktadır. Her üç yöntem de grafit güçlü asitler ve oksidanlar kullanılarak grafit oksite dönüştürülür. Brodie ve Staudenmaier yönteminde, grafiti oksitlemek için potasyum klorat ( $KClO_3$ ) ve  $HNO_3$  karışımını kullanılır. Hummers yönteminde ise, grafit potasyum permanganat ( $KMnO_4$ ) ve  $H_2SO_4$  karışımını kullanılarak oksitlenir. Grafitin oksitlenmesi aşamasında grafiti oluşturan tabakalar arasındaki VDW kuvvetleri azaltılarak tabakaların arasındaki mesafenin artırılması amaçlanmaktadır. Daha sonra tabakaları arasındaki

mesafeleri artan grafit oksit, hızlı ısıtma veya sonikasyon ile tek ya da birkaç tabakalı grafene dönüştürülür.

Son zamanlarda, Tour ve arkadaşları grafen nanotabakaları birbirinden ayırmak için uygun maliyetli bir kimyasal eksfoliasyon yöntemi geliştirmişlerdir. Grafitin tabakalarına ayrıştırılması işlemi amonyum persülfat ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>), konsantre H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve dumanlı sülfürik asidin kombinasyonundan oluşan üç bileşenli sistemde gerçekleştirilmektedir. Grafitin ayrıştırılması işlemi asit kombinasyonları ile oda sıcaklığında 4 saatte gerçekleştirilmiştir. Elde edilen grafen tabakalarının 10-35 nm kalınlığında olduğu tespit edilmiştir [22]. Daha sonra Ding ve arkadaşları, sodyum persülfat (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) ve konsantre H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kullanarak grafitin tabakalara ayrıştırılmasını sağlamışlar ve yaklaşık 10 katmanlı grafen yapıları elde etmişlerdir. Fakat yapıda kalan Na<sup>+</sup> iyonlarının uzaklaştırılması bu prosesin kullanılabilirliğini kısıtlamaktadır. Liu ve arkadaşları ise peroksiasetik asit (PAA) ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kombinasyonunu kullanarak grafiti tabakalarına ayırmayı başarmıştır. Bu yöntemde, grafit asit karışımı içerisinde oda sıcaklığında 4 saat bekletilmiştir. Bu yöntemde karıştırma ve sonikasyon gibi mekanik etkiler olmadan grafen tabakaları elde edilebilmiştir [23].



Şekil 2. 6: Liu ve arkadaşları tarafından PAA ve H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kullanılarak grafen sentezlenmesinin şematik gösterimi [23].

### 2.3.2 Kimyasal eksfoliasyon ile sentezlenmiş grafinin karakterizasyonu

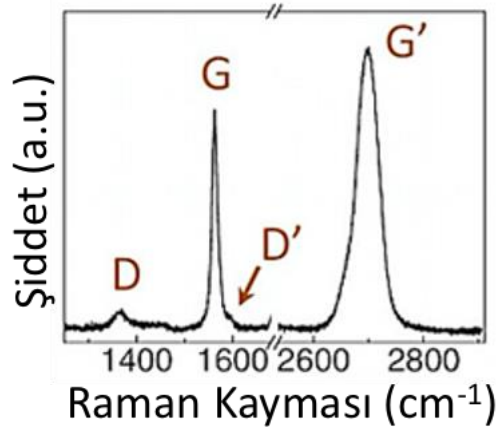
Grafin bazlı malzemeler, elektronik, termal ve mekanik özelliklerinin yüksek olmasından dolayı kompozitler, transistörler, yapı malzemeleri gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadır. Grafinin kullanım alanına göre özelliklerinin belirlenmesi için grafin çeşitli yöntemler ile karakterize edilmektedir. Grafin karakterizasyonu için yaygın olarak kullanılan teknikler Raman spektroskopisi, X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), Fourier dönüşümü kızılötesi spektroskopisi (FT-IR), X-ışını



kırınımı (XRD), atomik kuvvet mikroskopisi (AFM), taramalı elektron mikroskopisi (SEM), transmisyon elektron mikroskobu (TEM), ultraviyole-görünür spektroskopisi (UV-vis), X-ışını floresans (XRF), termogravimetrik analiz (TGA)'dır.

Raman spektroskopisi, ilk olarak 1928'de Raman ve arkadaşları tarafından keşfedilen fononların emilimini ve emisyonunu içeren bir karakterizasyon tekniğidir [24]. Malzemenin kristal kafesinde bulunan fononlar bir foton ile uyarılarak düşük ya da yüksek enerjili bir foton açığa çıkararak saçılırlar. Raman saçılımı titreşim sırasında değişen bağ kutuplaşması ile oluşur. Bu nedenle FT-IR aktif olmayan moleküller kutuplaşma değişimi sayesinde Raman aktif özellik gösterirler. Raman spektroskopisi grafen gibi karbon bazlı malzemelerin yapısını belirlemek için kullanılmaktadır. Raman spektroskopisi ile yüzeydeki fonksiyonel gruplar, grafen matrisinin kimyasal yapısı, katman sayısı ve yapısal hasarları gibi özellikler karakterize edilebilmektedir.

Grafenin Şekil 2.7'de gösterilen Raman spektroskopisi incelendiğinde D pikinin ( $1320-1350\text{ cm}^{-1}$ 'de), G pikinin ( $1580-1605\text{ cm}^{-1}$ 'de) ve 2D veya G' pikinin ( $2640-2680\text{ cm}^{-1}$ 'de) baskın olarak belirdiği görülmektedir. D piki, grafit katmanlarındaki kusur ve düzensizlik seviyesi ile ilişkilirken, G ve 2D pikleri iki boyutlu altıgen kafes yapısı hakkında bilgi vermektedir. Bazı durumlarda D piki çift rezonanstan dolayı  $\sim 1602-1625\text{ cm}^{-1}$ 'de görülebilir ve D' piki olarak adlandırılır.



Şekil 2. 7: Grafenin raman spektrumu [25].

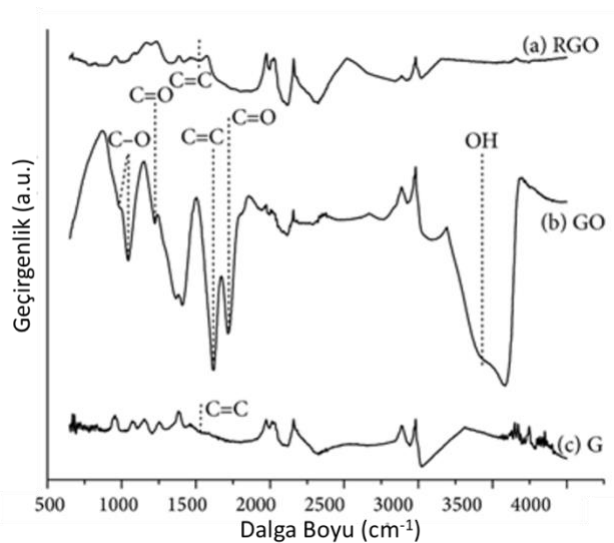
Grafenin yapısal kusur yoğunluğunun belirlenmesi için D piki ve G pikinin oranı ( $I_D/I_G$ ) hesaplanmaktadır. Bu sayede Raman spektroskopisi ile GO yüzey modifikasyonu hakkında bilgi sahibi olunabilmektedir.

Kızılötesi (IR) spektroskopisi, organik veya inorganik bileşiklerin karakterize edilmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. FT-IR spektroskopisinde, moleküllerin atomları arasında oluşan titreşim frekanslarını gösteren pikler oluşmaktadır. Optik izomer malzemeler dışında tüm malzemelerin kendine özgü spektrumu vardır. Pikler malzemeye gönderilen kızılötesi ışığın malzeme tarafından soğurulması ile ortaya çıkar. Bu nedenle değişken dipol momente sahip malzemelerde ışık soğurulabilirken, O-O gibi değişken olmayan dipol momente sahip moleküllerde kızılötesi ışık soğurulmadığı için pikler gözlemlenmez.

Grafen karbon atomlarından oluşan ve dipol momente sahip olmayan bir yapı olduğu için FT-IR spektroskopisinde pik gözlemlenmez. Fakat GO, rGO gibi fonksiyonel gruba sahip malzemelerde FT-IR pikleri oluşmaktadır. rGO her ne kadar indirgenmiş olsa da yapısında hala bir miktar oksit grubu bulundurmaktadır. Bu nedenle, indirgeme seviyesini belirleyebilmek için FT-IR spektroskopisi kullanılmaktadır. FT-IR spektroskopisinde, GO'daki fonksiyonel gruplara karşılık gelen pikler Çizelge 2.4 ve Şekil 2.8'de verilmiştir. Çizelge 2.4'te verilen pik değerlerinde grafen oksitin üretim prosesi gibi farklılıklardan dolayı kayma görülebilmektedir. Çizelge 2.4'te verilen pik değerlerinde grafen oksitin üretim prosesi gibi farklılıklardan dolayı kayma görülebilmektedir.

Çizelge 2. 4: Grafen oksitin FT-IR pikleri ve değerleri.

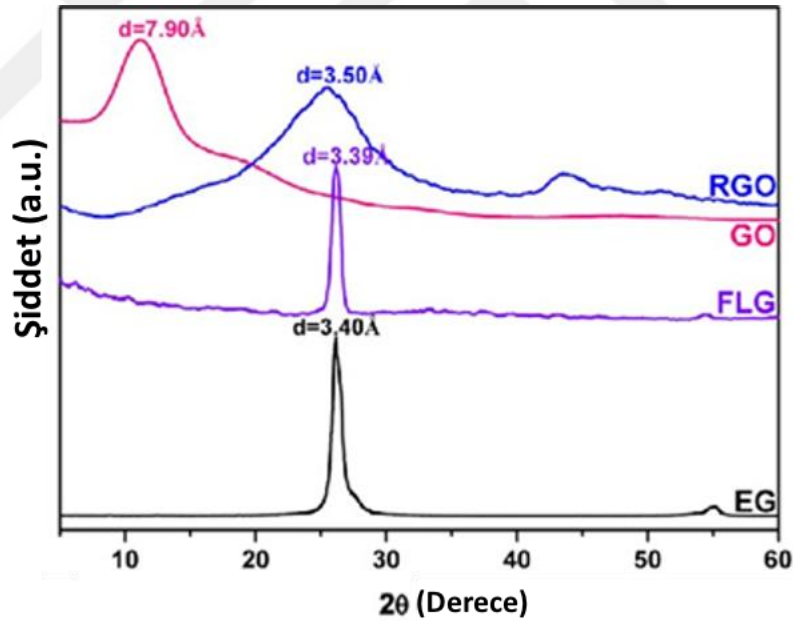
FT-IR Pikleri	O-H	C-H	C=O	C=C	C-O	C-OH	C-O-H
Pik Değeri (cm <sup>-1</sup> )	3400	2910	1687, 1710	1542, 1568	1208	1113	1409



Şekil 2. 8: GO'nun FT-IR spektrumu ve GO'nun içerdiği fonksiyonel grupların FT-IR değerleri [26].

XRD ile karakterizasyon yönteminde kaynaktan çıkan x-ışınları malzemede bulunan kristalografik düzlemler ile etkileşime girerek saçılırlar. Her kristalin fazın kendine özgü bir atomik dizilimi vardır ve bu nedenle her kristal x-ışınlarını karakteristik bir şekilde kırar. XRD metodunda numune tahrip olmadan analiz yapılabilir. XRD cihazıyla kayaçların, kristalin malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir.

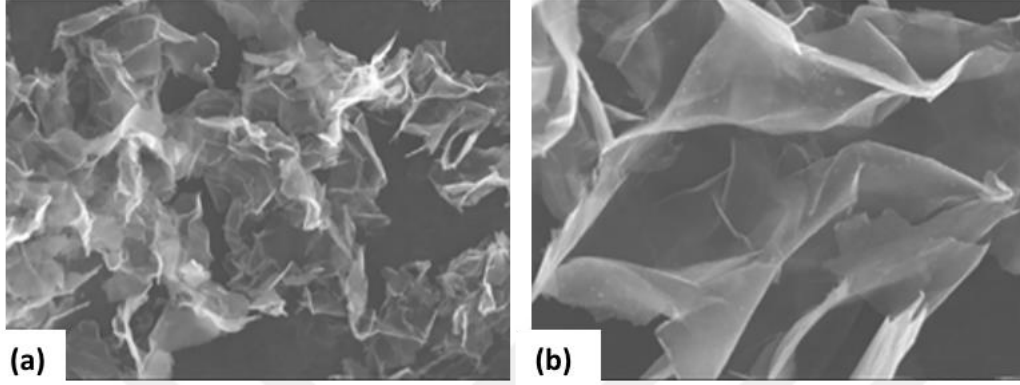
XRD ile grafen oksitin kristal yapısı belirlenebilmektedir. Ayrıca XRD analizi malzemenin saflığı hakkında bilgi vermektedir. Genel olarak, bozulmamış grafit için  $2\theta \sim 26^\circ$ 'deki pik ve grafen oksit için  $2\theta \sim 11^\circ$ 'deki pik XRD analizinde görülmektedir. Grafen bazlı malzemelerin karakterize edilmesinde XRD önemli işlevlerinden biri GO'nun grafene indirgenmesini doğrulamaktır. Şekil 2.9'da gösterildiği gibi GO'nun karakteristik kırınım piki  $10.5^\circ$ 'ye kayarken, pik yoğunluğu zayıflamakta ve pikin tepe genişliği artmaktadır. XRD paterni ile grafen tabakası sayısı, Scherrer denkleminin Lorentzian fittingi ile (002) yansıması üzerinde birleştirilerek de tanımlanabilir.



Şekil 2. 9: Ayrılmış grafitin (EG), az katmanlı grafenin (FLG), GO'nun ve indirgenmiş GO'nun (RGO) XRD pikleri ve kırınım açılarının değerleri [27].

SEM ve TEM genellikle grafen bazlı malzemelerin morfolojisini ve yapısını görselleştirmek için kullanılır. Grafenin SEM görüntüsü 2B düzlemsel bir yapı göstermektedir. Ayrıca, grafen tabakalarının esnek yapısından dolayı Şekil 2.10'da görülen kırışıklıklar ve kıvrımlar grafen tabakalarının yüzeyinde bulunmaktadır.

SEM ile birlikte enerji dağıtıcı spektrometrisi (EDS) genellikle elementel kompozisyon analizi için kullanılmaktadır. EDS ile yapıda bulunan atomların analizi yapılabilmektedir. Grafen oksit EDS analizinde yapıda karbon ve oksijen atomlarının varlığı tespit edilmiştir. Ayrıca yapıda bulunan elementlerin atomik yüzdeleri de EDS ile bulunabilmektedir.



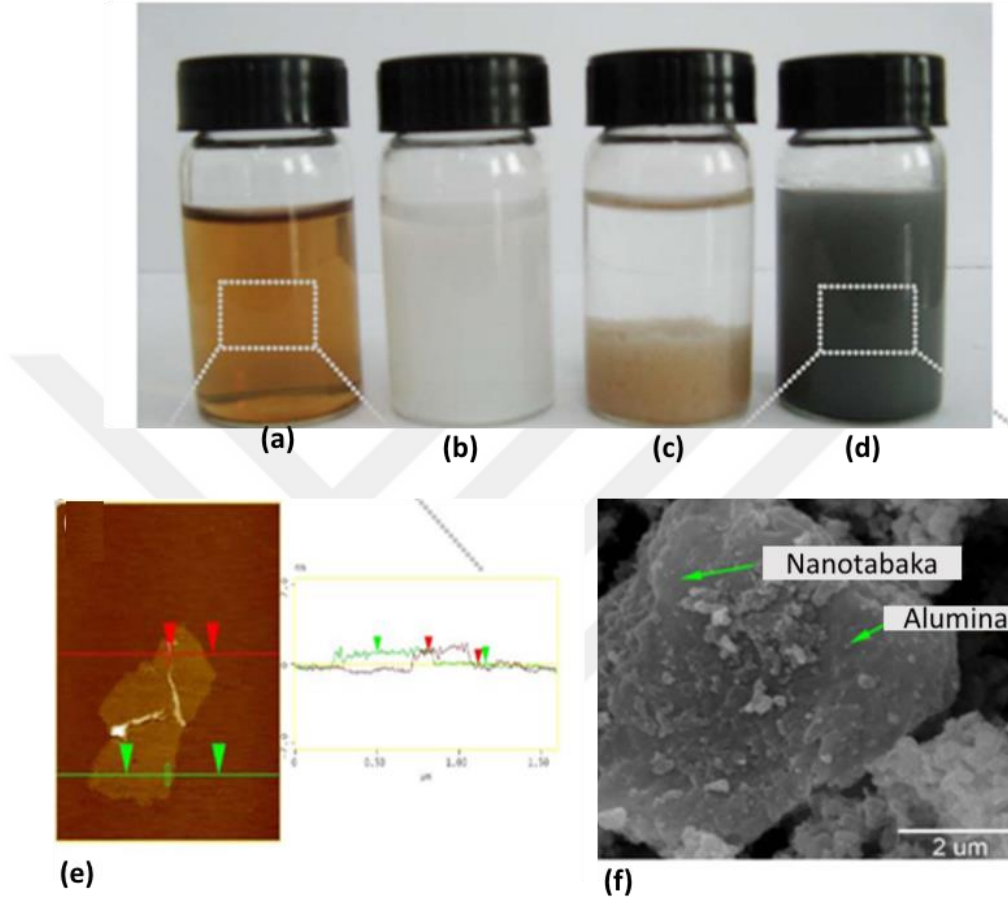
Şekil 2. 10: Farklı büyütme değerlerinde grafen tabakaların SEM görüntüleri, (a) 600x büyütme, (b) 3000x büyütme [28].

#### 2.4 Grafen Katkılı Seramik Matrisli Kompozitler

Grafen yüksek mekanik özellikleri nedeniyle seramik matrisli kompozitlerde matrisin kırılma tokluğunu ve dayanımını arttırmak için takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır. Bu nedenle literatürde grafen bazlı nanoyapıların ileri seramiklere katkılanmasının seramik özellikleri üzerindeki etkilerini inceleyen birçok çalışma yapılmıştır [29-36]. Bu çalışmalarda grafen bazlı malzemelerin seramik matris içerisinde dağıtılmasının seramiklerin kırılma tokluğunu arttırdığı gösterilmiştir. Seramik matrisli kompozitlerde genel olarak tek katmanlı grafen yerine çok katmanlı grafen nanoplateletler (GNP) takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır. GNP'lerin kullanılmasının temel sebebi seri üretime daha uygun olması ve kimyasal sentez yöntemleri ile toplu üretiminin kolay olmasıdır. Literatürde GNP'lerin yerine grafen nanotabakalar (GNS) ya da GPL de kullanılmaktadır.

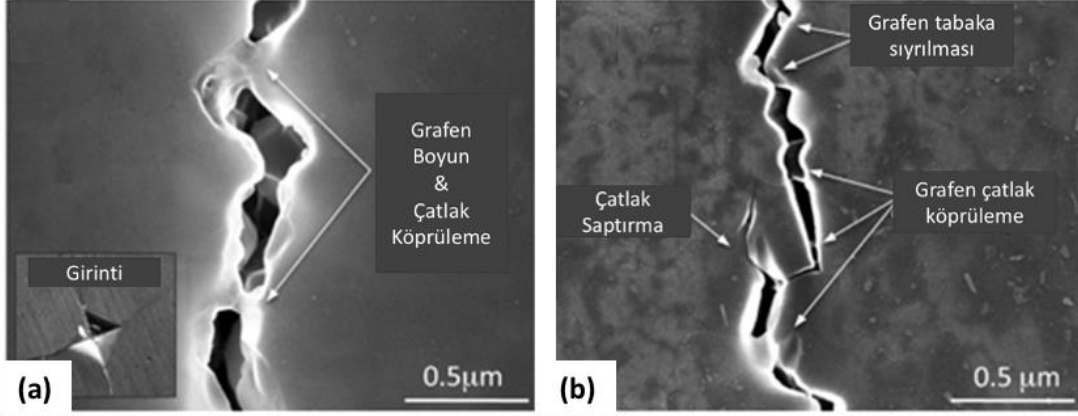
Wang ve arkadaşları  $Al_2O_3$  seramik matrise GPL katkılayarak seramiğin kırılma davranışını incelemişlerdir. Bu çalışmada kullanılan GPL'lerin karakterizasyonu Şekil 2.11'de görüldüğü gibi AFM ile yapılmıştır. Ayrıca elde edilen granüllerin karakterizasyonu SEM ile yapılmış ve GPL üzerinde  $Al_2O_3$  tozların toplandığı görülmüştür. Çalışmanın sonucunda nanografinin çekilme ve köprüleme mekanizmasından dolayı GPL katkılı  $Al_2O_3$  seramiklerin kırılma tokluğunun %55

arttığı rapor etmişlerdir [29]. Benzer bir çalışma yapan Liu ve arkadaşları GPL katkılı  $Al_2O_3$  seramiklerin kırılma tokluğunun %27.20 arttığını raporlamışlardır. Ayrıca GPL katkılı seramiklerin eğilme dayanımını da incelemişler ve eğilme dayanımının %30.75 arttığını raporlamışlardır [30].



Şekil 2. 11: GO çözeltisi (a), su içindeki alümina tozunun fotoğrafları (b),  $Al_2O_3$  süspansiyonuna (c) GO ilave edildikten sonra, hidrazin (d) kullanılarak hibrid karışımın indirgenmesi, yükseklik profilili mika yüzeylerindeki pul pul dökülmüş GO tabakalarının AFM görüntüsü (e) ve GO/alumina tozunun SEM görüntüsü (f) [30].

Walker ve arkadaşları sulu koloidal proses yöntemini kullanarak homojen dağılıma sahip GPL ve  $Si_3N_4$  içeren granülleri elde etmişlerdir. Bu granüller, spark plasma sinterlemesi ile sinterlenerek yoğunlaştırılmış kompozit seramikler elde edilmiştir. Çalışmalar sonucunda %1.5 oranında GPL katkılanan  $Si_3N_4$  seramiğin kırılma tokluğunu  $6.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  olarak hesaplanmıştır. Bu değer monolitik  $Si_3N_4$  seramiklerin kırılma tokluğundan daha yüksek bir değerdir.  $Si_3N_4$  seramiklerde kırılma tokluğunun artmasındaki en önemli etkenin grafenin Şekil 2.12’de gösterilen çatlak köprüleme, çatlak sapması ve grafen tabaka çıkarma gibi tokluk mekanizmaları olduğu gösterilmiştir [31].

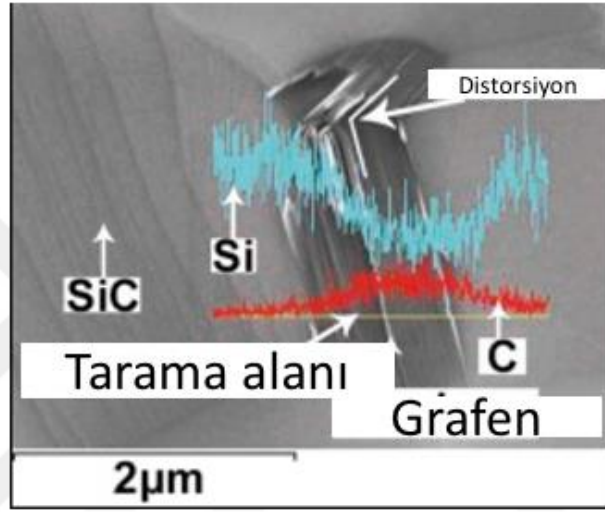


Şekil 2. 12: (a) Grafenin köprüleme mekanizması ile toklaştırma mekanizmasının SEM görüntüsü, (b) grafenin çekip çıkarma ve saptırma mekanizmaları ile seramik matrisi toklaştırmasının SEM görüntüsü [31].

Çeşitli oranlarda GPL katkılanarak sinterlenen silikon nitrür ( $\text{GPL}/\text{Si}_3\text{N}_4$ ) kompozitlerinin mikroyapıları ve kırılma tokluğu Dusza ve arkadaşları tarafından incelenmiştir. Kompozitlerin kırılma tokluğu, monolitik silikon nitrüre kıyasla artmış ve en yüksek değer  $9.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  olarak hesaplanmıştır [32]. Walker ve arkadaşlarının yaptığı çalışma ile benzer şekilde kırılma tokluğunun artması çatlak sapması, çatlak dallanması ve çatlak köprüleme gibi tokluk mekanizmaları ile açıklanmıştır.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin yanı sıra SiC seramiklere grafen bazlı nanomalzemelerin katkılanması literatürde araştırılmıştır. Rahman ve arkadaşları ince taneli SiC seramikleri elde edebilmek için polimer pirolizi tekniğini ve spark plazma yöntemini kullanmışlardır. Grafen katkılı seramiklerin elde edilebilmesi için ise polimer pirolizi ile elde edilen amorf SiC'ün yerinde kristalleştirilmesi tekniğini kullanmışlardır. Ağırlıkça %2 GPL katkısının kompozitlerin kırılma tokluğunu arttırdığını rapor etmişlerdir. Çatlak sapması ve çatlak köprülemesi gibi tokluk mekanizmalarının etkisi ile monolitik SiC seramiklerin kırılma tokluğunun % 40 arttığını hesaplamışlardır [33].

Li ve arkadaşları farklı oranlarda grafen içeren SiC seramikleri basınçsız katıhal sinterlemesi tekniği ile yoğunlaştırarak grafen katkılı SiC seramikler elde etmişlerdir. Elde edilen seramik kompozitlerin kırılma tokluğu ve eğilme dayanımı gibi mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Seramik kompozitlerin kırılma tokluğu 3 nokta eğme testi ile belirlenmiştir. Grafen tabakalarının bozulması ve sapması, grafen tabakaları arasındaki bağıl kayma, çatlak dallanması gibi tokluk mekanizmaları sayesinde ağırlıkça %1 grafen katkı oranında en yüksek kırılma tokluğu değeri elde edilmiştir.

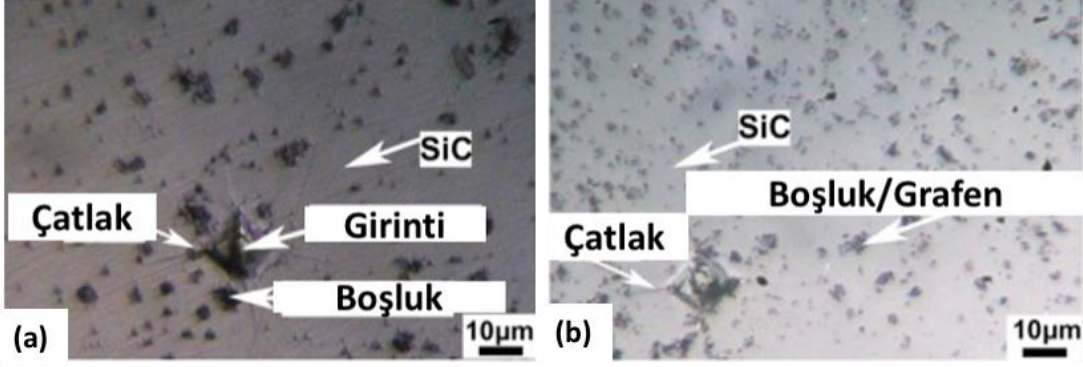
Ağırlıkça %1 katkı oranında kırılma tokluğu değeri  $5.65 \text{ MPa.m}^{1/2}$  olarak hesaplanmıştır. EDX Şekil 2.13'te görülen koyu renkli bölgeyi taradığında, C elementinin sinyalinde keskin bir artış görülürken, Si elementinin sinyalinde belirgin bir düşüş görülür. Bunun sonucunda koyu renkli bölgenin temel olarak C elementinden oluştuğu görülmektedir. Ağırlıkça %66.99 ve atomca % 82.60 C oranının EDX sonucunda bulunması, bu kadar büyük miktarda C'nin fenolik reçinenin (PF) pirolizi ile oluşmasının olası olmadığını göstermektedir. Ayrıca Pirolitik C, SiC numunelerde homojen dağılmalıdır. Bu nedenle, koyu renkli alan grafene karşılık gelmektedir.



Şekil 2. 13: EDX çizgi haritalandırması ile ağırlıkça %1 grafen katkılı SiC numunenin analizi [34].

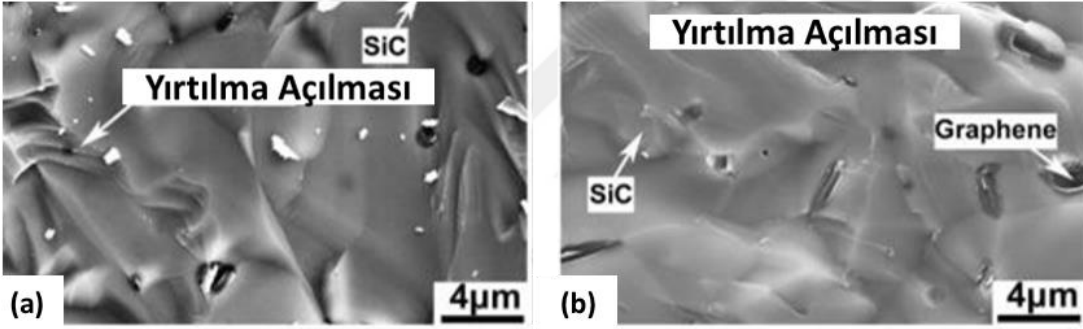
Farklı oranlarda grafen katkılanmış SiC numunelerinin parlatılmış kırılma yüzeylerinin mikroyapısı Şekil 2.14'te gösterilmektedir. Grafen ve SiC arayüzlerde çok az gözenek olmasına rağmen grafen katkı oranının artmasıyla birlikte numunelerdeki porlar yoğunlaşmaktadır. Gözenek yoğunluğunun artması numunelerin yoğunluğunda azalmaya neden olmaktadır [34].





Şekil 2. 14: (a) Katkısız SiC seramiklerin por dağılımını gösteren mikroyapı görüntüsü, (b) ağırlıkça %1 grafen içeren SiC numunenin mikroyapı görüntüsü [34].

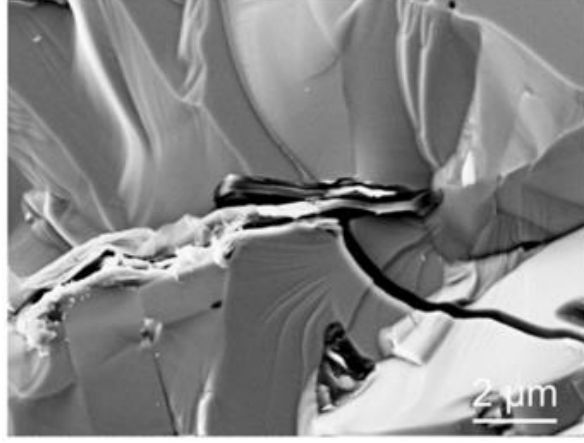
Ayrıca grafen oranının artmasıyla birlikte numunelerin kırılma yüzeylerindeki yırtılma açıklıkları artış göstermektedir. Şekil 2.15'te gösterilen yırtılma açıklıkları kırılma yüzeyini arttırarak numunelerin toklaşmasına katkıda bulunmaktadır. Bu nedenle, en belirgin yırtılma bölgelerini gösteren ağırlıkça %1 grafen içeren SiC numunenin, en yüksek kırılma tokluğunu sergilediği belirtilmiştir [35].



Şekil 2. 15: (a) Katkısız SiC seramiklerin yırtılma açılmasını gösteren kırık yüzey görüntüsü, (b) ağırlıkça %1 grafen içeren SiC numunenin yırtılma açılmasını gösteren kırık yüzey görüntüsü [35].

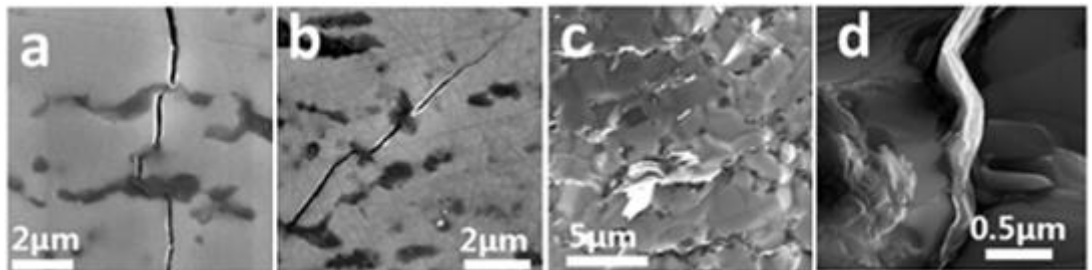
Sedlaka ve arkadaşları GPL katkılanmasının SiC'ün eğme dayanımı, kırılma tokluğu ve kırılma karakteristiğine etkisini araştırmak için çalışma yapmıştır. Ağırlıkça %0-6 aralığında çeşitli oranlarda GPL katkılanmasını incelemiştir. GPL katkılanan SiC tozları sıcak pres yöntemi ile sinterlenmiştir. Mekanik testler sonucunda en yüksek eğme dayanımına sahip numunenin ağırlıkça %2 GPL içeren numune olduğu belirlenmiştir. Ayrıca artan GPL katkı oranıyla birlikte kırılma tokluğunun da arttığı görülmüştür. Bunun nedeninin Şekil 2.16'da gösterilen çatlak köprülemesi ve çatlak dallanması gibi tokluk mekanizmalarının oluşması olduğu belirtilmiştir [36].





Şekil 2. 16: SiC seramiklerin kırık yüzeyinde GPL'nin çatlak dallanma ile toklaştırma mekanizması [36].

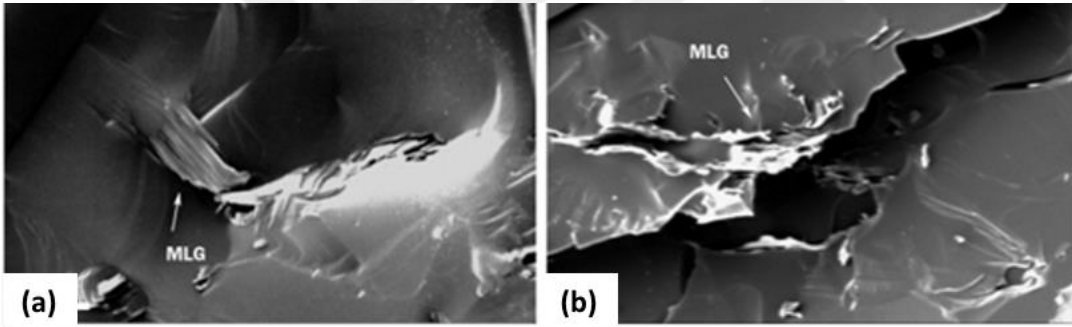
Yihua ve arkadaşları yine sıcak presleme tekniğini kullanarak rGO katkılı SiC seramikler üzerine çalışmalar yapmıştır. Bu çalışmalarda ağırlıkça %0-10 aralığında numunelerin yoğunluğu, tane boyutu, kırılma tokluğu, eğme dayanımı ve sertliği belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde artan rGO katkısı ile birlikte yoğunluğun, sertliğin ve tane boyutunun azaldığı belirlenmiştir. Bunun yanı sıra kırılma tokluğunun ağırlıkça %6 rGO katkı oranına kadar arttığı bu noktadan sonra azaldığı gösterilmiştir. Kırılma tokluğu ile benzer şekilde eğme dayanımının ağırlıkça %6 rGO katkı oranında en yüksek değeri aldığı belirlenmiştir. Katkısız SiC seramiklerin eğme dayanımı 464 MPa iken ağırlıkça %6 rGO katkılı SiC seramiklerin eğme dayanımı 625 MPa olarak verilmiştir. Kırılma tokluğu ise ağırlıkça %6 rGO katkısı ile  $4.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 'den  $7.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 'ye yükselmiştir. Kırılma tokluğundaki artışın Şekil 2.17'de gösterildiği gibi çatlak sapması, çatlak köprülemesi, rGO'nun ayrışması ve çekip çıkarma (pull-out) mekanizmasından kaynaklandığı gösterilmiştir [37].



Şekil 2. 17: (a) çatlak sapması, (b) çatlak köprülemesi ve (c) ve (d) rGO ayrışması ve farklı büyüklükte çekip çıkarma mekanizması [37].

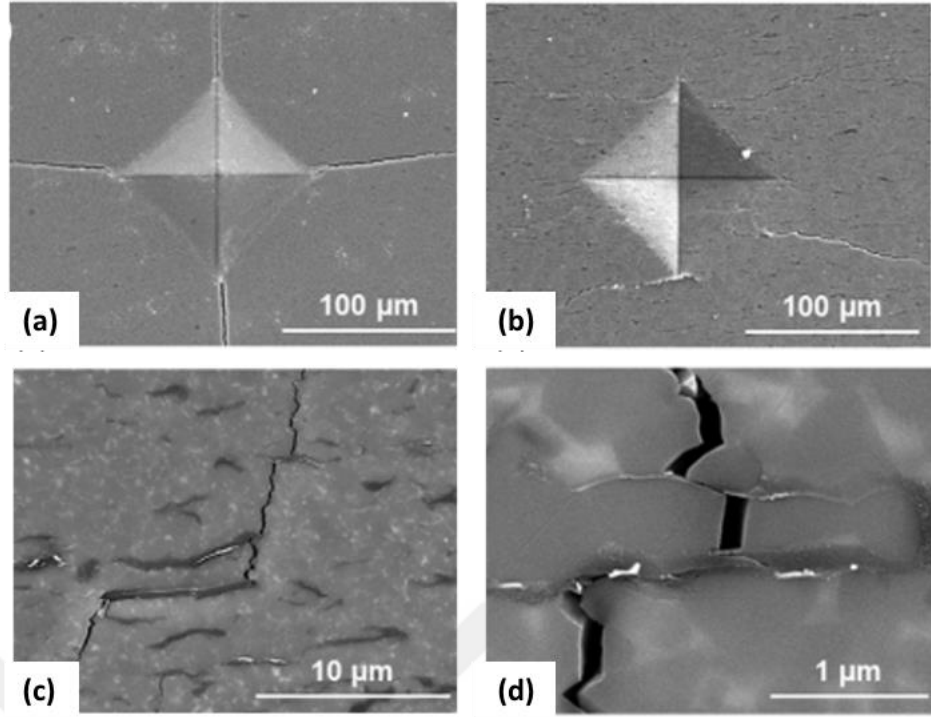
Literatürde yapılan bir diğer çalışmada SiC seramiklere grafen katkısı moleküler dinamik (MD) tabanlı bir tasarım ile gösterilmiştir. Bu çalışmada hem tek katmanlı grafenin hem de iki katmanlı grafenin SiC seramiklere etkisi çalışılmıştır. Grafen ve SiC arasındaki etkileşimin anlaşılabilmesi için Lenard Jones (LJ) potansiyeli kullanılmıştır. Çalışmada tek katmanlı ve iki katmanlı grafen için hacimce %3 ve %5 katkı oranlarının SiC'ün kırılma tokluğuna etkisi incelenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde en yüksek kırılma tokluğu hacimce %5 tek katmanlı grafen katkılı SiC seramiklerde 13.41 GPa olarak bulunmuştur [38].

Bodisa ve arkadaşları farklı bir sinterleme tekniği kullanarak ağırlıkça %0-3 aralığında çok katmanlı grafen tabakaları katkılı SiC seramiklerin tokluk mekanizmasını anlamak için çalışma yapmıştır. Ağırlıkça %1 katkı oranına sahip numunenin en yüksek kırılma tokluğuna sahip olduğu görülmüştür. Bu artışın sebebinin Şekil 2.18'de gösterilen çatlak köprüleme mekanizması olduğu belirtilmiştir [39].



Şekil 2. 18: Sinterlenmiş MLG/SiC kompozitinde toklaştırma mekanizmaları: (a) MLG nano-tabaka çekme ve (b) çatlak köprüleme [39].

Belmonte ve arkadaşları katkı malzemesi olarak grafen nanoplateletler ve indirgenmiş grafen oksit kullanarak grafen/SiC kompozitleri oluşturmuşlardır. Oluşturulan kompozitlerin sertliğini Knoop yöntemi ile, eğme dayanımını ise üç nokta eğme testi ile ölçmüşlerdir. Ayrıca çatlak yolları ve mikroyapı arasındaki ilişkiyi detaylı olarak gözlemleyebilecek için Vickers sertlik testi uygulamışlardır. Vickers sertlik testinde yüzeyde oluşan izler ve çatlaklar Şekil 2.19'da gösterilmiştir. Hacimce %5 rGO katkı maddesi içeren SiC seramiklerin tokluk ve mukavemetinde artış gözlemlemişlerdir. İndirgenmiş grafen oksit SiC seramiklerin kırılma tokluğunu  $3.2 \text{ Mpa.m}^{1/2}$ 'den  $8.3 \text{ Mpa.m}^{1/2}$ 'e yükselterek, SiC seramiklerin kırılma tokluğunu %162 arttırmıştır [40].



Şekil 2. 19: SiC kompozitlerin 100 N'de Vickers sertlik izi ile oluşan çatlakların FESEM görüntüleri: (a), (b) hacimce % 10 GNP ve (c), (d) hacimce % 20 GNP [40].

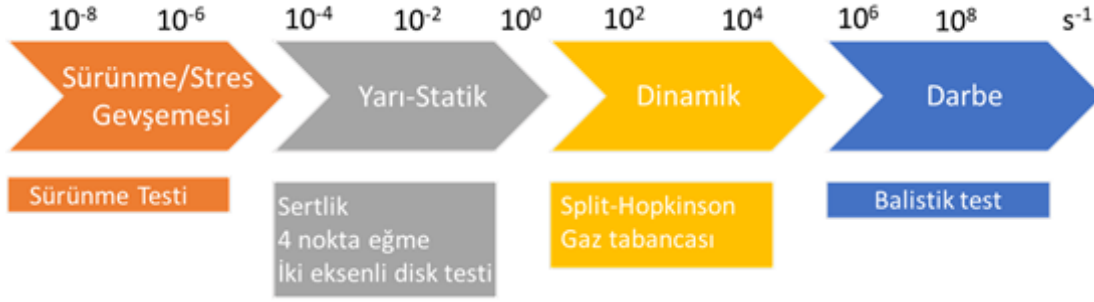
Literatür araştırması sonucunda  $Al_2O_3$ ,  $Si_3N_4$  ve SiC seramiklere farklı grafen yapılarının katkılanması ve bu katkıların kırılma tokluğu, dayanım ve sertlik değerlerini ne kadar arttırdığının özet tablosu Çizelge 2.5'te verilmiştir.

Çizelge 2. 5: Literatür özeti.

Matris	Katkı	Yöntem	% $K_{IC}$	% $\sigma$	% H	Ref.
$Al_2O_3$	%2 GPL	SPS	53	-	-	[29]
$Al_2O_3$	% 0.38 vol GPL	SPS	27.20	30.75	-2.10	[30]
$Si_3N_4$	% 1.5 GPL	SPS	235	-	-30	[31]
$Si_3N_4$	%1 GPL	HIP	43	-	6.50	[32]
SiC	%2 GNPs	SPS	40	-	-40	[33]
SiC	% 1 Grafen	Basınçsız Sinter	22.60	-	7	[35]
SiC	%2 GPL	HP	30	15	-1.50	[36]
SiC	%6 rGO	HP	49.40	37.90	-13	[37]
SiC	%1 MLG	SPS	22	97	-10	[39]
SiC	%5 vol GNPs	SPS	162	60	-	[40]

## 2.5 SiC Seramiklerin Yapısal ve Mekanik Özelliklerinin Balistik Performansa Etkisi

Malzemeler için farklı gerilme oranlarında mekanik testler yapılmaktadır. Farklı gerilme oranlarında numunelere yapılan testleri gösteren şema Şekil 2.20'de gösterilmiştir.



Şekil 2. 20: Farklı gerilme oranlarında yapılan testleri gösteren şema [43].

Seramiklerin kırılma mekanizmaları incelendiğinde, balistik performanslarının hem yapısal hem de mekaniksel özelliklere bağlı olduğu görülmüştür [41,42]. Balistik performansı etkileyen kırılma modu ve kırılma davranışı seramiğin mikroyapısına bağlı olarak değişmektedir. Bunun yanında Çizelge 2.6'de verilen yoğunluk, tane boyutu, faz oranı ve fazların kararlılığı da balistik özellikleri etkilemektedir. Ayrıca seramiğin balistik özelliğini etkileyen en önemli mekanik özellikler sertlik, dayanım ve elastik modüldür [43,44].

Çizelge 2. 6: Malzeme özelliklerinin balistik performansa etkisi [45].

Özellik	Balistik Performansa Etkisi
Tane boyutu, porozite, ikincil fazlar, faz dönüşümleri	Yoğunluk, sertlik, elastik modül, dayanım, kırılma tokluğu, kırılma modu (tane içi, taneler arası)
Fiziksel ve mekanik özellikler	Balistik performansa etkisi
Yoğunluk	Ağırlık
Sertlik	Mühimmatın parçalanması, enerji absorplanması
Elastik modül	Gerilim dalgası yayılımı
Dayanım	Çoklu atış direnci, alan dayanıklılığı
Kırılma tokluğu	Enerji absorplanması
Kırılma modu	Çatlak yayılma direnci, direnç

Balistik performansa etki eden en önemli seramik özelliği sertliktir. Sertlik, piramit şekilli elmas bir uç ile Vickers sertlik testinde ölçülür. Yeterince yüksek sertliğe sahip seramik malzeme, balistik test esnasında mermiyi deforme eder ya da parçalar [46]. Merminin deformasyonunun yanı sıra balistik test esnasında seramik de deforme olabilir. Yüksek sertliğe sahip seramikler deforme olsa dahi penetrasyon sürecinde mermiyi aşındırarak merminin balistik etkisini azaltır. geri kalanında merminin daha fazla aşınmasına neden olacaktır [46,47]. Yüksek sertliğin olumlu etkisi dışında seramiklerin kırılma dayanımının yüksek olmasına neden olmaktadır. Yüksek kırılma dayanımı balistik test esnasında seramiklerde meydana gelen çekme gerilmelerinden kaynaklanmaktadır. Seramiğin kırılmasını önlemek veya ertelemek, balistik koruma kabiliyeti için çok önemlidir. Bunu başarmak için, seramiğin çekme gerilmelerine dayanabilmesi gerekmektedir. Bu nedenle kırılma tokluğu ( $K_{IC}$ ), seramiğin balistik performansına ilişkin bir bilgi verebilir;  $K_{IC}$  değeri ne kadar yüksekse seramiğin kırılma dayanımı o kadar iyi olmaktadır.  $K_{IC}$ , Vickers sertlik testinde oluşan piramit izi köşelerinde başlayan çatlakların boyutundan bulunabilir. Krell ve Strassburger [48], elastik modülü ( $E$ ) ve seramiğin balistik performansı arasındaki ilişkiyi belirleyebilmek için çalışmalar yapmışlardır. Yüksek elastik modüle sahip seramik, aynı zamanda seramikte yüksek bir ses hızına ( $c$ ) neden olur, çünkü  $c$  ve  $E$  doğru orantılıdır. Daha yüksek bir ses hızı, yükün daha hızlı yayılmasına izin verir, böylece balistik test esnasında meydana gelen gerilmeler seramik malzemenin daha geniş bir bölgesini etkiler.

Yüksek eğme mukavemeti ve düşük gözeneklilik balistik performansı etkileyen diğer parametrelerdir. Holland ve McMeeking [49], kırılma dayanımı ile artan Poisson oranı ( $\nu$ ) ve yoğunluk ( $\rho$ ) artışı arasında pozitif bir korelasyondan bahsetmektedir. Daha yüksek yoğunluğun genellikle daha iyi balistik performans sağlamasında rağmen balistik performans esas olarak alan yoğunluğuna bağlıdır. Literatürde balistik performansı etkileyen parametreler Eşitlik (2.1)'de gösterilen bir denklem haline getirilmiş ve balistik performansın hesaplanması için kullanılmıştır [50].

$$D = 0.36 \frac{H_v \cdot E \cdot c}{K_{IC}^2} \quad (2.1)$$

Burada  $c$  seramik malzeme içindeki ses hızıdır.  $D$  değeri, seramiğin darbe üzerine enerjii emme kabiliyetinin bir ölçüsüdür. Hem sertlik hem de elastik modülündeki

artış daha yüksek bir D değeri vermektedir. Fakat  $K_{IC}$  değerinin artması beklenenin aksine D değerinin düşürmektedir. Bunun nedeni, D değerinin tek atışlık performans için olmasıdır.  $K_{IC}$  değerinin yüksek olması birden fazla atış yapılan plakalarda olumlu etki yapmaktadır [51].



### 3. MALZEME VE YÖNTEM

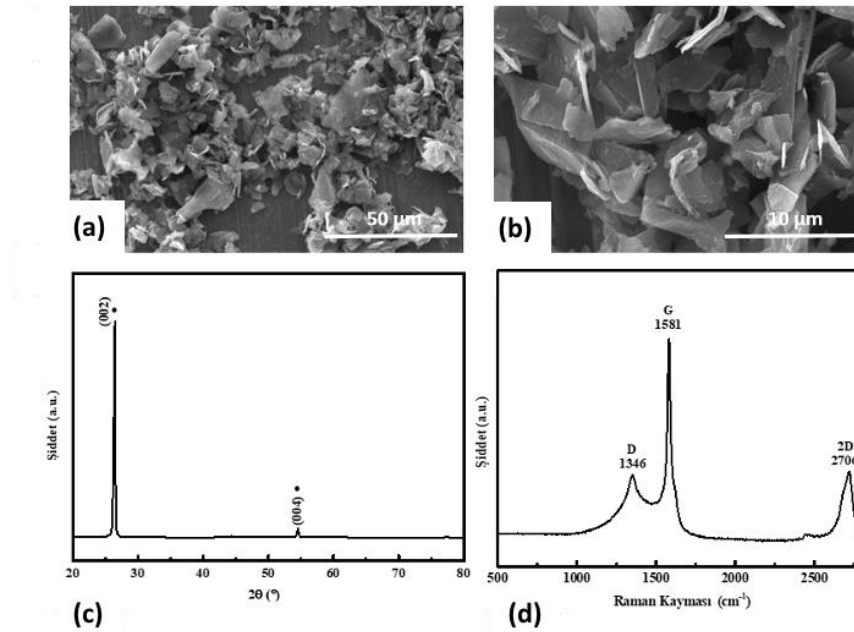
#### 3.1 Malzemeler

##### 3.1.1 Grafit tozu

Grafen sentezi için kullanılan grafit tozu Sigma Aldrich'ten satın alınmıştır (No:496596). Bu toza ait bilgiler Çizelge 3.1'de, SEM görüntüleri Şekil 3.1a'de, X-ışınları kırınım grafiği ve Raman spektrumu Şekil 3.1b ve c'de verilmiştir.

Çizelge 3. 1 Satın alınan grafit tozunun özellikleri.

Grafit Toz	Sigma Ald.
Toz Boyutu	<45 $\mu\text{m}$
Safılık	%99.99
Özkütle	2.25 $\text{g}/\text{cm}^3$
Yüzey Alanı	10-15 $\text{m}^2/\text{g}$



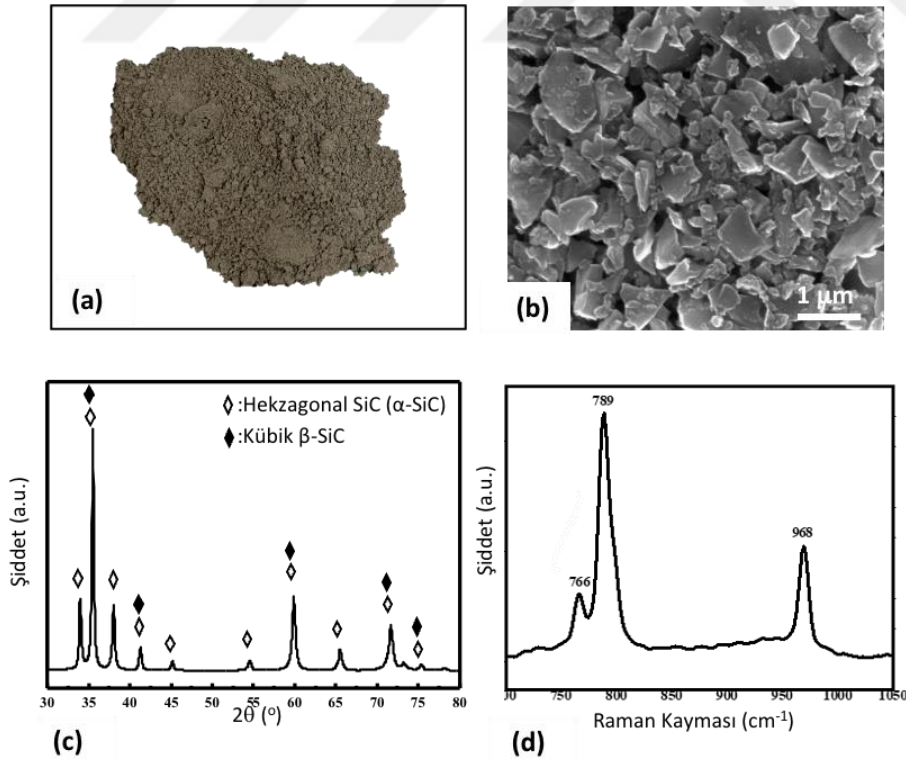
Şekil 3. 1: Satın alınan grafit tozunun (a) ve (b) farklı büyütmelerde SEM görüntüleri, (c) XRD piklerini gösteren grafik ve (d) Raman spektrumu.

### 3.1.2 Silisyum karbür tozu

Bu çalışmada SiC matris malzemesidir. SiC tozları Sinter-Pur Advanced Ceramic Powder firmasından (ALPHA SIC 2500N) satın alınmıştır. SiC tozların kimyasal ve fiziksel özellikleri Çizelge 3.2’de verilmiştir. Ayrıca SiC tozlarının XRD analizi Şekil 3.2c’de, Raman Spektrumu Şekil 3.2d’de ve SEM görüntüleri Şekil 3.2b’de gösterilmiştir. Raman spektrumu SiC tozlarının hekzagonal yapıda olduğunu göstermektedir.

Çizelge 3. 2: Satın alınan SiC tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri.

<b>SiC Tozu</b>	Sinter-Pur Advanced Ceramic Powder
<b>Toz Boyutu</b>	d10: Min 0.2 - Max 0.5 $\mu\text{m}$ d50: Min 0.55 - Max 0.85 $\mu\text{m}$ d90: Min 0.9 - Max 2 $\mu\text{m}$
<b>Safılık</b>	% 98.5 (C, O, Al, Fe, Ca)
<b>Özkütle</b>	Min 0.7 - Max 0.9 $\text{g/cm}^3$
<b>Yüzey Alanı</b>	Min 12 - Max 18.5 $\text{m}^2/\text{g}$



Şekil 3. 2: Satın alınan SiC tozunun (a) bir yüzeye dökülerek çekilmiş görüntüsü, (b) SEM görüntüsü, (c) XRD piklerini gösteren grafik, (d) Raman spektrumu.

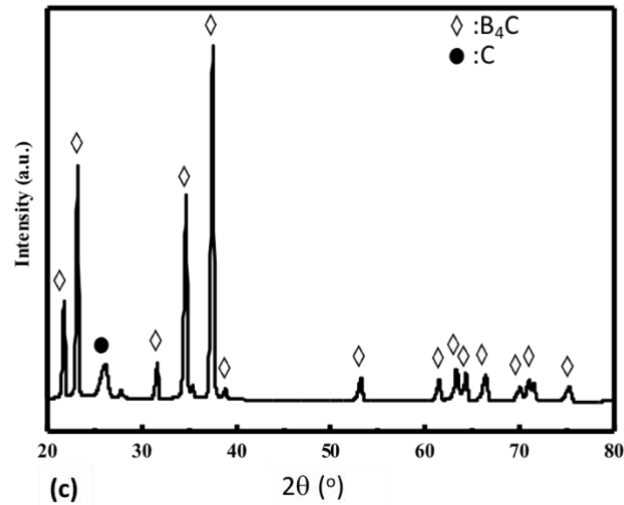
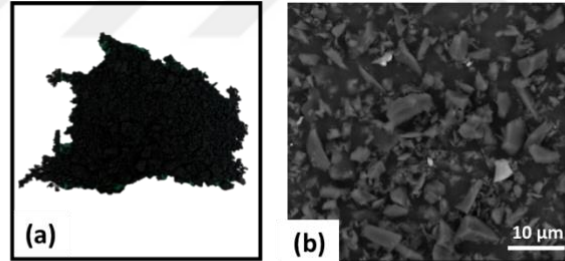


### 3.1.3 Bor karbür tozu

B<sub>4</sub>C tozları, SiC tozlarının sinterlenmesi esnasında sinter sıcaklığını düşürücü katkı olarak kullanılmıştır. Yapıda bulunan B ve C sayesinde yüksek sıcaklıklarda Si-B-C sıvı faz oluşturmaktadır. B kaynağı olarak kullanılan 10F B<sub>4</sub>C tozu Dalian Zhengxing Abrasive Co., Ltd. firmasından satın alınmıştır. B<sub>4</sub>C tozların kimyasal ve fiziksel özellikleri Çizelge 3.3'te verilmiştir. Ayrıca B<sub>4</sub>C tozlarının XRD analizi Şekil 3.3c'de ve SEM görüntüleri Şekil 3.3b'de gösterilmiştir.

Çizelge 3. 3: Satın alınan B<sub>4</sub>C tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri.

<b>B<sub>4</sub>C Tozu</b>	Dalian Zhengxing Abrasive Co., Ltd.
<b>Toz Boyutu</b>	d50: Min 2.3 - Max 3.5 $\mu\text{m}$ d98: $\leq 11.5 \mu\text{m}$
<b>Safılık</b>	%97 (C, B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
<b>Özkütle</b>	1.5 – 1.7 g/cm <sup>3</sup>
<b>Yüzey Alanı</b>	6 - 9 m <sup>2</sup> /g



Şekil 3. 3: B<sub>4</sub>C tozunun (a) bir yüzeye dökülerek çekilmiş görüntüsü, (b) SEM görüntüsü, (c) XRD piklerini gösteren grafik.

### 3.1.4 Bağlayıcı tozlar

Bağlayıcı tozlar SiC tozlarının soğuk pres ile şekillendirilebilmesi için kullanılmaktadır. Bağlayıcı tozlar sayesinde SiC tozları birbirlerine tutunarak şekillendirilebilmektedir. Fenolik reçine bağlayıcı özelliğinin yanı sıra karbon kaynağı olarak da görev yapmaktadır. PEG ise yalnızca bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Kullanılan PEG Acar Kimya'dan, fenolik reçine ise Kimteks firmasından satın alınmıştır. Kullanılan PEG'in özellikleri Çizelge 3.4'te, fenolik reçinenin özellikleri 3.5'te verilmiştir. PEG, TG-DTA sonuçlarına göre sinter sonrası numunelerin yapısında çok az miktarda yaklaşık olarak %0.2 karbon bırakması nedeniyle bu çalışmada bağlayıcı toz olarak seçilmiştir.

Şekil 3.4d'de saf PEG 6000'e ait TGA grafiği verilmiştir. Bu grafikte TG eğrisinde görüldüğü gibi 120-130 °C civarındaki sıcaklıklarda PEG 6000 ayrışmaya başlar ve 400 °C'de ise PEG 6000 kütlesinin %99.8'ini tüketir.

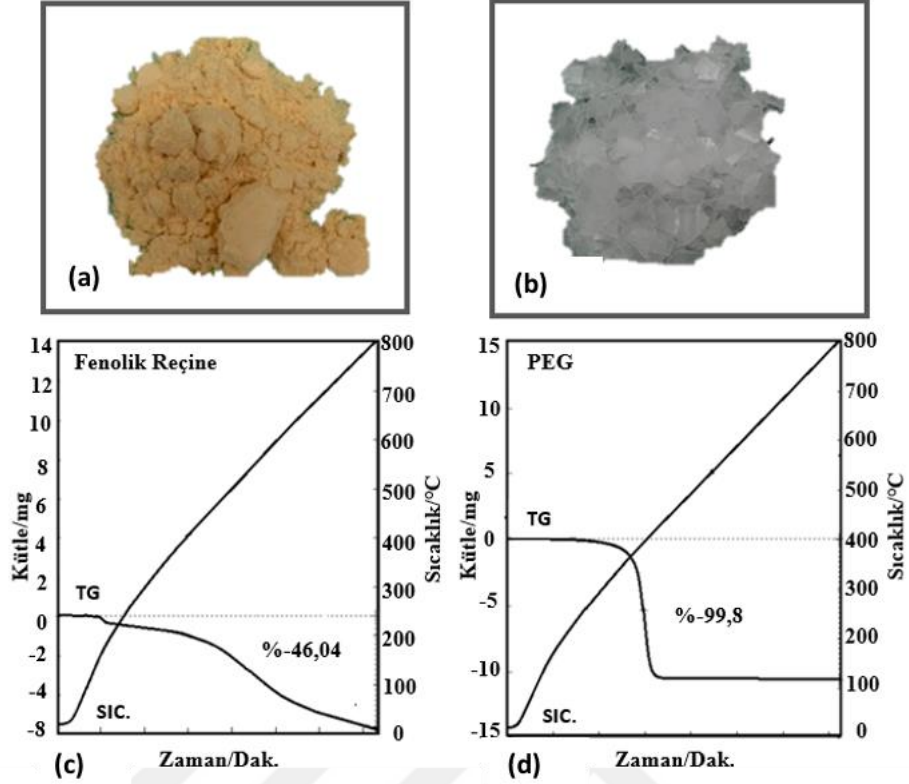
Şekil 3.4c'de ise saf fenolik reçineye ait TG-DTA grafiği verilmiştir. Bu grafikte TG eğrisinde görüldüğü gibi 40-50 °C civarındaki sıcaklıklarda fenolik reçine ayrışma başlar ve 250 °C'de ise fenolik reçine kütlesinin %46.04'ünü tüketir.

Çizelge 3. 4: Satın alınan PEG'in özellikleri.

<b>PEG 6000</b>	Acar Kimya
<b>Kimyasal Formül</b>	HO(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> O) <sub>n</sub> H
<b>Karbon Bırakma Oranı</b>	%0.2
<b>Özkütle</b>	1.20 g/m <sup>3</sup>

Çizelge 3. 5 : Satın alınan fenolik reçinenin özellikleri.

<b>Fenolik Reçine</b>	Kimteks
<b>Kimyasal Formül</b>	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>
<b>Karbon Bırakma Oranı</b>	%53.96
<b>Özkütle</b>	1.16 g/m <sup>3</sup>

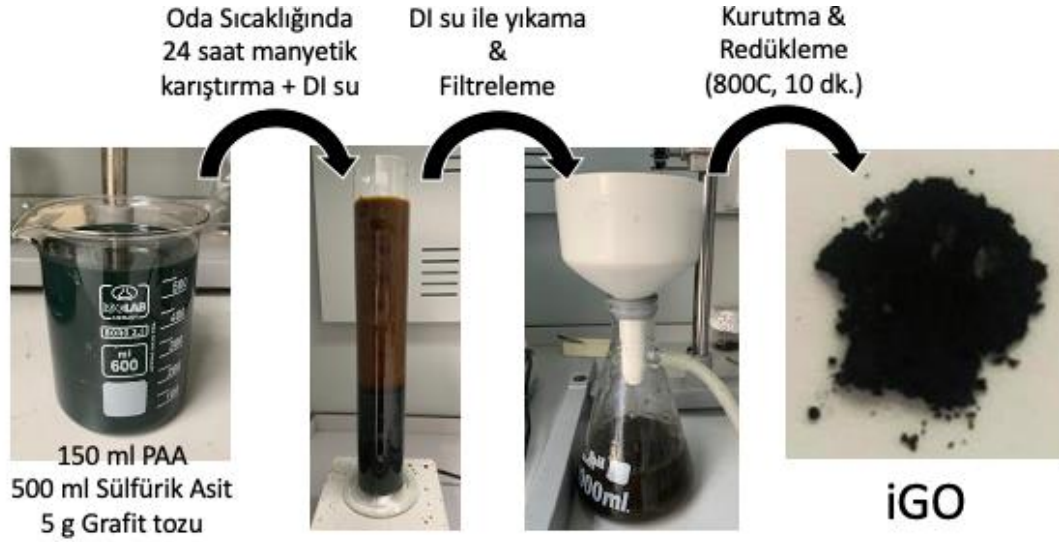


Şekil 3. 4: Basınçsız sinter deneylerinde kullanılan (a) fenolik reçine ve (b) PEG'in bir yüzeye dökülerek çekilen görüntüleri, (c) fenolik reçine ve (d) PEG'in TGA grafikleri.

### 3.2 iGO Sentezi

iGO kimyasal sentez yöntemi ile grafit toz kullanılarak sentezlenmiştir. Grafeni hazırlamada kullanılan yöntem basamakları Şekil 3.5'teki akış şeması ile özetlenmiştir. Buna göre, ilk olarak, 500 mL konsantre sülfürik asit, 150 mL Peroksi Asetik Asit (PAA) ile karıştırılmıştır. Daha sonra, karışıma 5 g grafit (NG, saflık %99.99) ilave edilmiştir. Elde edilen PAA, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve grafit karışımı oda sıcaklığında 24 saat manyetik balık ile karıştırılmıştır. Son olarak karışım deiyonize su ile yıkanmış ve filtrelenmiştir. Elde edilen grafit oksit 12 saatte 65 °C'de vakumlu etüvde kurutulmuştur.

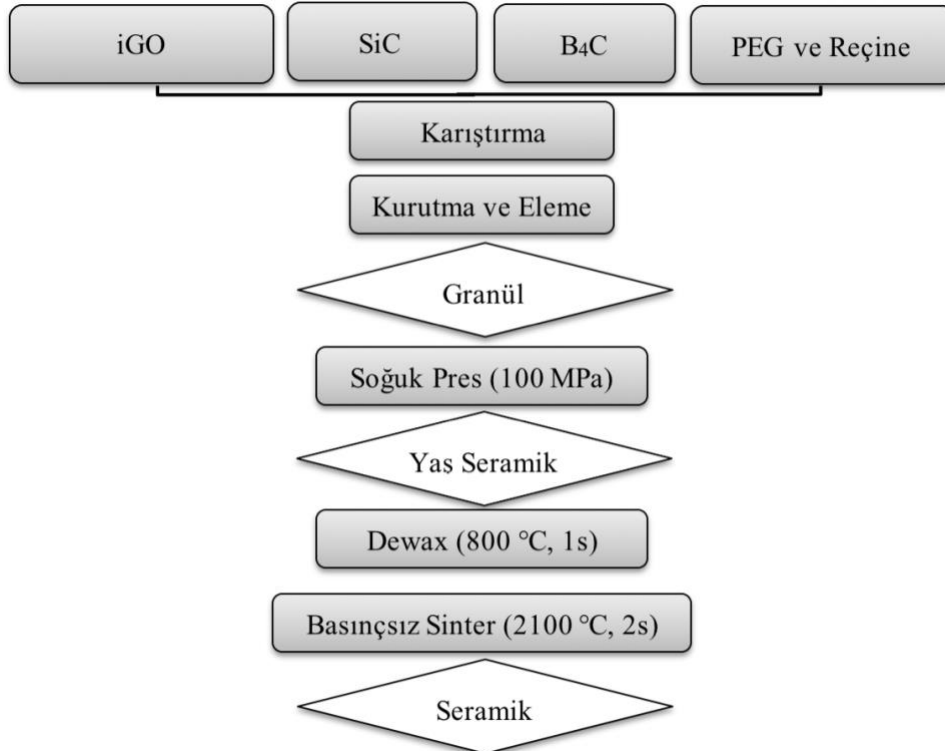
Kurutma işleminden sonra elde edilen GO tozları indirgenmesi için Ar atmosferinde 800 °C'de 10 dakika tutulmuştur. İndirgeme işlemi tüp fırında yapılmıştır. GO tozu alumina kayıkçık içerisine konulmuş ve tüp fırının ortasına yerleştirilmiştir. Daha sonra tüp fırının içerisindeki gaz boşaltılmış ve Ar gazı doldurulmuştur. Tüp fırın her 1 dakikada 5 °C artacak şekilde ayarlanmış ve 160 dakika sonunda 800 °C'ye çıkarılmıştır. 800 °C'de 10 dakika bekletildikten sonra tüp fırın soğutulmuş ve oda sıcaklığına getirilmiştir.



Şekil 3. 5: iGO sentez basamakları.

### 3.3 iGO/SiC Kompozitlerin Hazırlanması

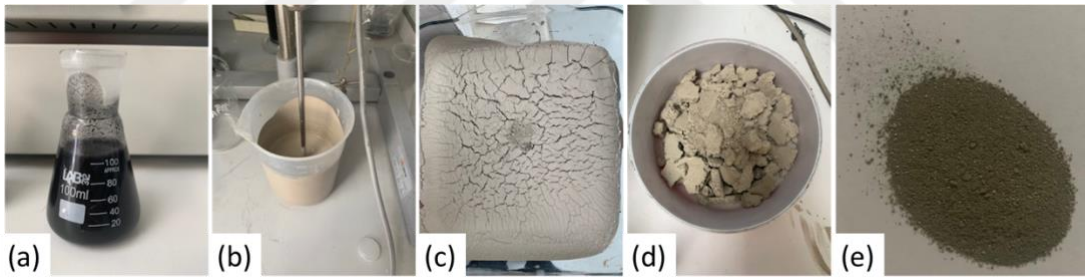
Grafen katkıli SiC kompozitlerin hazırlanmasında kullanılan yöntem genel hatları ile Şekil 3.6'da verilen akış şemasında özetlenmiştir.



Şekil 3. 6: Deneysel üretim prosesinin şematik gösterimi.

### 3.3.1 Toz karışımından granül hazırlanması

Sentezlenen iGO'lar önce 100 ml etil alkol içerisinde ultrasonik prob ile 1 saat dağıtılmıştır (Şekil 3.7a). PEG ise 50 ml su içerisinde çözülmüştür. Paralel olarak fenolik reçine de 100 ml etil alkol içerisinde çözülmüştür. Daha sonra çözünen PEG ve fenolik reçine karıştırılmış ve içerisinde ağırlıkça belirlenen oranda SiC tozu, B<sub>4</sub>C tozu eklenmiştir. elde edilen çamur karışımına en son olarak belirlenen miktarda etanol içerisinde dağıtılan iGO eklenmiştir (Şekil 3.7b). Bu ekleden sonra tekrar karışım 10 dakika boyunca ultrasonik prob ile karıştırılmıştır. Daha sonra hazırlanan toz karışımı, bilyalı değirmen (MSE marka) kullanılarak 200 rpm'de 12 saat karıştırılmıştır. Öğütme işleminde, Tungsten Karbür bilyalar (10 mm çapında, yoğunluk: 5.9 g/cm<sup>3</sup>) kullanılarak silindirik UHMWPE kaptta gerçekleştirilmiştir. Bilyalı öğütme işlemi için yüksek bir bilya/toz ağırlık oranı seçilmiştir. Öğütülmüş karışım 70 °C'de vakumlu etüvde 24 saat boyunca kurutulmuştur (Şekil 3.7c). Kurutulan toz karışımı elle öğütülmüştür (Şekil 3.7d) ve 600 µm gözenekli elek kullanılarak elenmiştir. Eleme işleminden sonra granüller elde edilmiştir (Şekil 3.7e).



Şekil 3. 7: iGO katkılı SiC granüllerin hazırlanması (a) etli alkol içerisinde dağıtılmış iGO'lar, (b) bağlayıcıların, tozların ve iGO'nun mekanik olarak karıştırılarak çamur haline getirilmesi, (c) çamurun vakumlu etüvde kurutulması, (d) elle öğütülen toz karışımı, (e) 600 µm gözenekli elekten elenmiş granüller.

### 3.3.2 Granüllerin analizi

Granüllerin kap dolum yoğunluğu 50 cm<sup>3</sup> hacimli bir kaba toz doldurularak tozun tartılması ile bulunmaktadır. Tozun ağırlığının kap hacmine bölünmesi ile kap dolum yoğunluğu elde edilmektedir.

Granüllerin tane boyut dağılımı Mastersizer 3000 cihazı ile ölçülmüştür. Lazer kırınım yönteminin temeli, tanelerin büyüklüğü ile ışınların kırılma açısı arasındaki ters orantı ilişkisine dayanmaktadır. Lazer kırınım yönteminde, tanelerin üzerine lazer ışınları

gönderilmekte ve tanelere çarparak kırılan ve ileri yönde yansıyan ışınlar bir mercekten geçtikten sonra dedektörün üzerine düşmektedir. Dedektörün üzerine düşen ışınlar bir dönüştürücü vasıtasıyla sayısallaştırılarak bilgisayar aracılığıyla tane büyüklüğü ve yüzdesi hesaplanmaktadır.

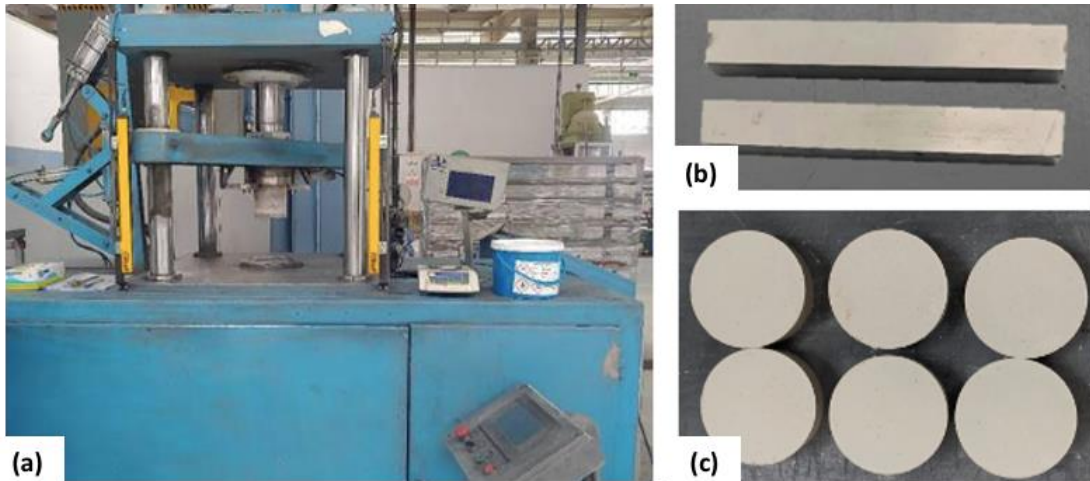
Mastersizer cihazı ile d10, d50 ve d90 değerleri elde edilmiştir. Daha sonra elde edilen değerlerden granüllerin homojenite değerleri Eşitlik (3.1)'de gösterilen formül ile hesaplanmıştır [60].

$$\text{Homojenite} = \frac{(D90-d10)}{d50} \quad (3.1)$$

### 3.3.3 Şekillendirme ve ısıtma işlemi

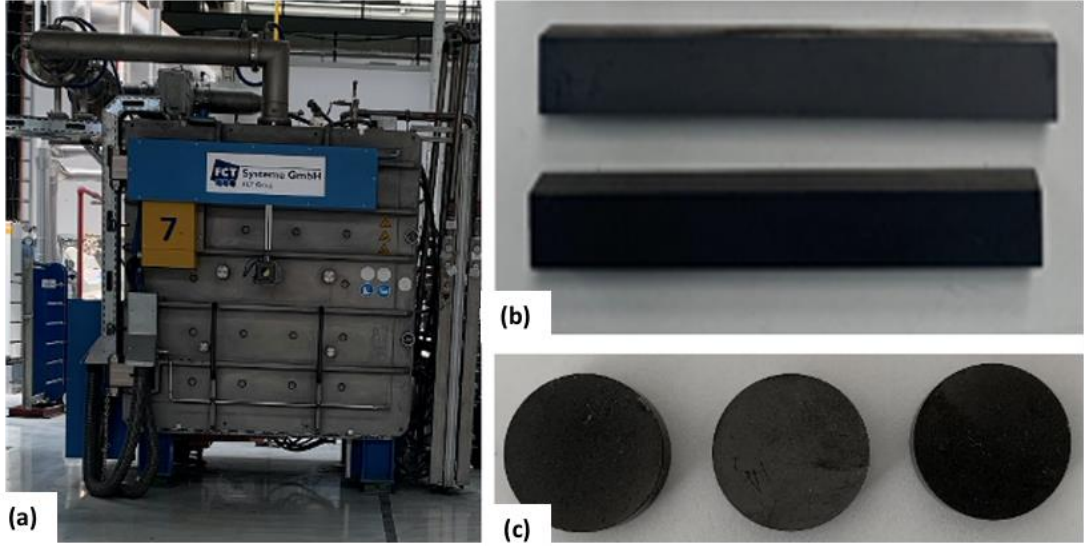
Hazırlanan granüllerin soğuk pres ile şekillendirilmesi Şekil 3.8a'da verilen hidrolik pres ile yapılmıştır. Granüller 100 MPa basınç altında şekillendirilmiştir (Şekil 3.8b). Yaş yoğunluğunun hesaplanabilmesi için, preslenen numunelerin eni, boyu, kalınlığı ve ağırlığı ölçülerek kaydedilmiştir.

Şekillendirilen yaş seramikler içerisindeki bağlayıcıların uzaklaştırılması için 800 °C'de 1 saat tutulmuş ve daha sonra sinterlenmiştir (Şekil 3.9a). Sinterleme işlemi 2100 °C'de 2 saat boyunca argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Sinterlenen numune Şekil 3.9b ve 3.9c'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 8: (a) Tozların şekillendirilmesi için kullanılan pres, (b) ve (c) 3 nokta eğme test numunesi ve Brezilyan test numunesi.





Şekil 3. 9: (a) Şekillendirilen numunelerin sinterlenmesi için kullanılan sinter fırını, (b) Sinterlenmiş Brezilyan test numunesi, (c) sinterlenmiş 3 nokta eğme test numunesi.

### 3.4 Karakterizasyon

#### 3.4.1 Optik mikroskop

Numunelerin parlatılmış yüzeyleri optik mikroskop ile incelenmiştir. Yüzey incelemesi için Nurol Teknoloji bünyesinde bulunan Zeiss cihazı kullanılmıştır. Optik mikroskop ile yüzeyde bulunan karbon kalıntıları, poroziteler ve yüzeyde oluşan çatlaklar görülebilmektedir. Ayrıca optik mikroskop ile numunelerin tane morfolojileri de incelenmiştir.

Tane morfolojisi çalışması için numunelerin hazırlanması gerekmektedir. Tane boyutu ve tane sınırı hakkında bilgi edinmek için SiC'nin aşındırılması gerekir.  $\alpha$ -SiC için dağlama Modifiye edilmiş Murakami çözeltisi ile yapılmıştır. Modifiye edilmiş Murakami çözeltisi 60 ml distile su içine 3 g sodyum hidroksit (NaOH) ve 30 g potasyum ferrisiyanür ( $K_3Fe(CN)_6$ ) karıştırılarak elde edilmiştir. Numuneler düzgün dağlama için ~8–10 dakika boyunca solüsyonunda ~110 °C'de bekletilmiştir.

#### 3.4.2 Taramalı elektron mikroskopisi (SEM)

Numunelerin morfoloji analizi için, UNAM bünyesindeki FEI ve Nova NanoSEM 640 cihazı ve ODTÜ MerLab bünyesindeki QUANTA 400F Field Emission SEM kullanılmıştır. Yüzeyde oluşan yapıların hassas bir şekilde incelenebilmesi için voltaj

genel olarak 15-20 kV olarak seçilmiştir. EDX spektroskopisi içinse FEI SEM cihazının sistem ve programı kullanılmıştır.

### 3.4.3 Raman spektroskopisi

Oluşan karbon yapıların Raman spektroskopisi analizi ODTÜ Merlab bünyesindeki FRA 106/S cihazı ile yapılmıştır. Ölçümler 1 µm spot çapına sahip, Ar iyon lazeri (532 nm) ile gerçekleştirilmiştir. Alınan sonuçlar Origin Pro 9.0 programı ile düzenlenmiştir.

### 3.4.4 X- ışını difraksiyonu (XRD)

Yapıların XRD analizleri Nurol Teknoloji A.Ş. bünyesindeki Rigaku cihazıyla yapılmış ve alınan sonuçlar Origin Pro 9.0 programı ile düzenlenmiştir.

### 3.4.5 Yoğunluk

Seramiklerin yoğunluğu seramik malzemenin kimyasal bileşimine, sinter sırasında meydana gelen ve yapı içerisinde bulunan porlara ve yapı içerisindeki kusurlara bağlıdır [53]. Teorik yoğunluk ise genellikle balistik seramikler için kullanılan bir terimdir.

Yoğunluk ölçümü arşimet metodu ile yapılabilmektedir. Bu metod ile seramik malzemelerin yoğunluğu ve kapalı porozite ölçülebilmektedir. Suyun açık poroziteleri doldurması nedeni ile açık poroziteler ölçülememektedir. Arşimet metodu ile yoğunluk ölçümü ASTM B962 standardına uygun olarak yapılmaktadır. Arşimet metodunda ilk olarak numunelerin kuru ağırlıkları ölçülerek not edilmiştir. Daha sonra aynı numunenin distile su içerisindeki ağırlığı ölçülerek not edilmiştir. Eşitlik (3.2) kullanılarak numunelerin yoğunluğu hesaplanmıştır [54].

$$D = \frac{W_1}{W_1 - W_2} \quad (3.2)$$

Bu denklemde D, yoğunluk; W1 numunenin kuru ağırlığını, W2 ise numunenin su içerisindeki ağırlığını ifade etmektedir.



### 3.5 Mekanik Testler

#### 3.5.1 Sertlik, elastik özellikler ve girinti kırılma tokluğunun belirlenmesi

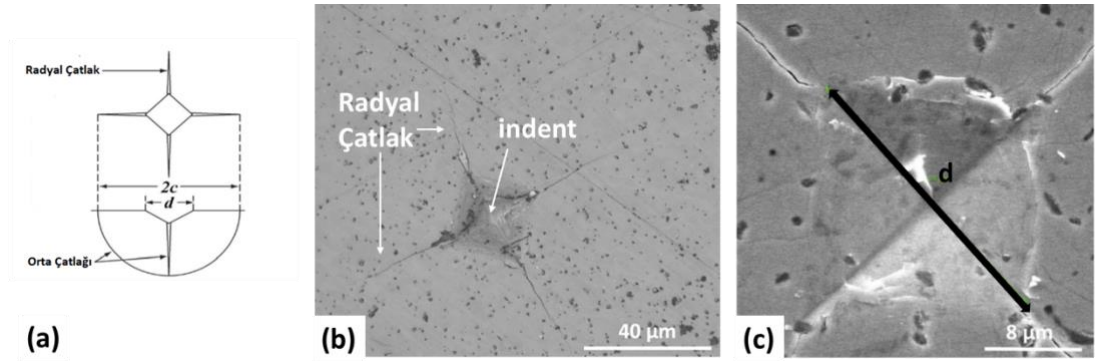
Mikro sertlik ölçümleri için öncelikle üç nokta eğme test numuneleri ortadan elmas testere ile kesilmiştir. Daha sonra sırasıyla 54 µm, 18 µm, 6 µm SiC zımpara kağıdı ile zımparalanmış ve daha sonra da elmas süspansiyonu kullanılarak parlatılmıştır. Vickers sertlik testleri Nurol Teknoloji'deki Kalite Laboratuvarındaki sertlik ölçüm cihazı kullanılarak ve 1 kg kuvvet uygulanarak gerçekleştirilmiş ve sertlik değeri Eşitlik (3.3)'e göre belirlenmiştir [55].

$$H = 1.8544 \frac{P}{d^2} \quad (3.3)$$

Bu denklemde H sertliği, P uygulanan kuvveti ve d ise sertlik izinin köşegenleri arası uzaklığının ortalamasını ifade etmektedir.

Bir Vickers girintisinin şematik bir çizimi Şekil 3.10'da gösterilmektedir. Çatlak uzunluğu optik mikroskop ve SEM yardımıyla ölçülmüştür.

Her bir katkı oranından 3'er adet numune hazırlanmıştır. Her numunenin yüzeyinden 7 adet sertlik değeri alınmıştır. Yani farklı katkı oranlarına sahip seramiklerden 21'er adet ölçüm alınmıştır.



Şekil 3. 10: (a) Vickers sertlik izinin şematik görünümü, sertlik testi sonrası parlatılmış numune yüzeyinde oluşan sertlik izinin (b) OM görüntüsü, (c) SEM görüntüsü.

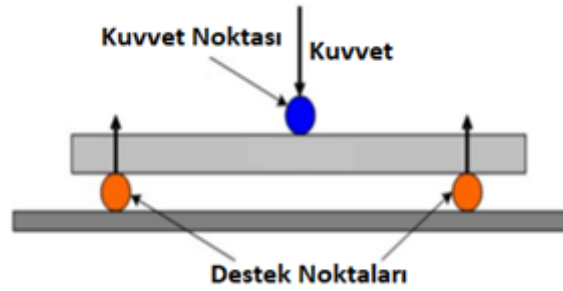
### 3.5.2 Üç nokta eğme testi

Sinterlenmiş numunelerin eğme dayanımı ve Brezilyan dayanımının tespit edilebilmesi için, tek noktalı kuvvet hücresi kullanılarak Zwick/Roell Z050 cihazında üç nokta eğme testi ve Brezilyan basma testi gerçekleştirilmiştir.

Eğme dayanımı testleri Şekil 3.11'de gösterilen şekilde iki destek noktasına numune konularak üstten tek noktadan kuvvet uygulanarak yapılmıştır. 6x12,5x100 mm'lik numuneler ASTM C1161-02c'ye göre hazırlanmıştır. Eşitlik (3.4) numunelerin eğilme dayanımını belirlemek için kullanılmıştır [56].

$$S = \frac{3PL}{2BW^2} \quad (3.4)$$

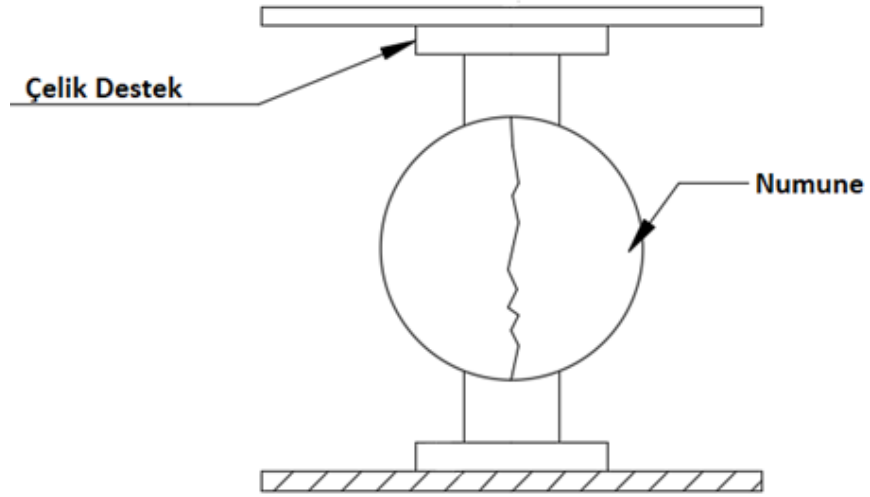
Bu denklemde S eğme dayanımını, P uygulanan en yüksek kuvveti, L destek noktaları arasındaki uzaklığı, B ve W ise numunenin enini ve kalınlığını ifade etmektedir.



Şekil 3. 11: 3 nokta eğme test düzeneğinin şematik gösterimi [57].

### 3.5.3 Brezilyan test

Brezilyan testi, beton, kaya ve seramik gibi kırılğan malzemelerin gerilme dayanımının belirlenmesini sağlayan basit bir test yöntemidir. Brezilyan test silindirik numunelerin sıkıştırılması esasına dayanmaktadır. Brezilyan testte uygulanan sıkıştırılma Şekil 3.12'de gösterilmiştir.



Şekil 3. 12: : Brezilyan test düzeneğinin şematik gösterimi [58].

Sıkıştırma esnasında uygulanan kuvvet ile birlikte disk numune maksimum gerilme noktasına ulaşarak kırılmaktadır. Bu noktada uygulanan maksimum kuvvetten Eşitlik (3.5) kullanılarak gerilme dayanımı hesaplanmaktadır [59].

$$\sigma_t = \frac{2P}{\pi Dt} = 0.636 \frac{P}{Dt} \quad (3.5)$$

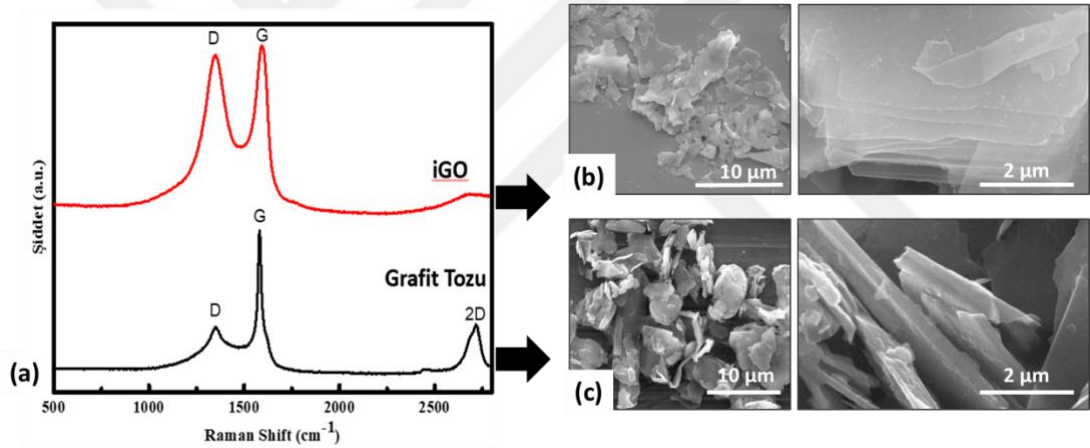
Burada P maksimum kuvveti, D numunenin çapını ve t numunenin kalınlığını ifade etmektedir.



## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

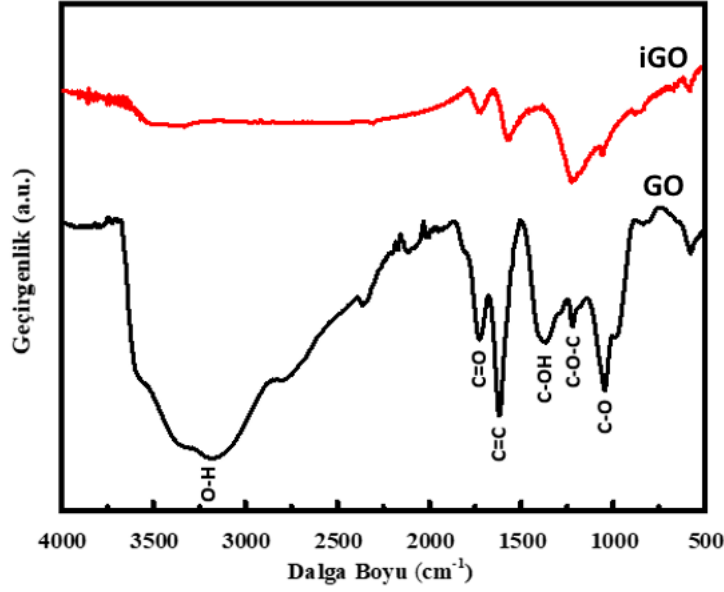
### 4.1 Sentezlenen iGO'ların Karakterizasyonu

Sentezlenen iGO Raman spektroskopisi, SEM ve FTIR kullanılarak karakterize edilmiştir. Şekil 4.1'de başlangıç grafit tozları ile sentezlenen iGO'ların Raman spektrumları ve SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. SEM görüntüleri grafen katmanlarının ayrıldığını göstermektedir, Raman spektrumundaki düzensizliği gösteren D pikinin artması da bu bulguyu destekler niteliktedir.



Şekil 4. 1: (a) Grafit tozu ve grafit tozundan sentezlenen iGO'ların raman spektrumları, (b) iGO'ların farklı büyütmelerde SEM görüntüleri, (c) grafit tozunun farklı büyütmelerde SEM görüntüleri.

Şekil 4.2'de iGO ve GO'nun FT-IR spektrumları verilmiştir. 3421 ve 1385 cm<sup>-1</sup>'de ortaya çıkan pikler, grafen oksitte bulunan O-H bağının germe ve bükme titreşimine karşılık gelmektedir. Grafen oksit tabakalarında bulunan -COOH gruplarının C-O gerilme titreşimi 1726 cm<sup>-1</sup>'de görülürken hidrojen bağlı karboksilik grubun C-O gerilmesi 1621 cm<sup>-1</sup>'de görülmektedir. FT-IR spektrumunda görülen bu pikler başarılı bir şekilde GO elde edilebildiğini göstermektedir.



Şekil 4. 2: Sentezlenen GO ve iGO'lara ait FTIR spektrumları.

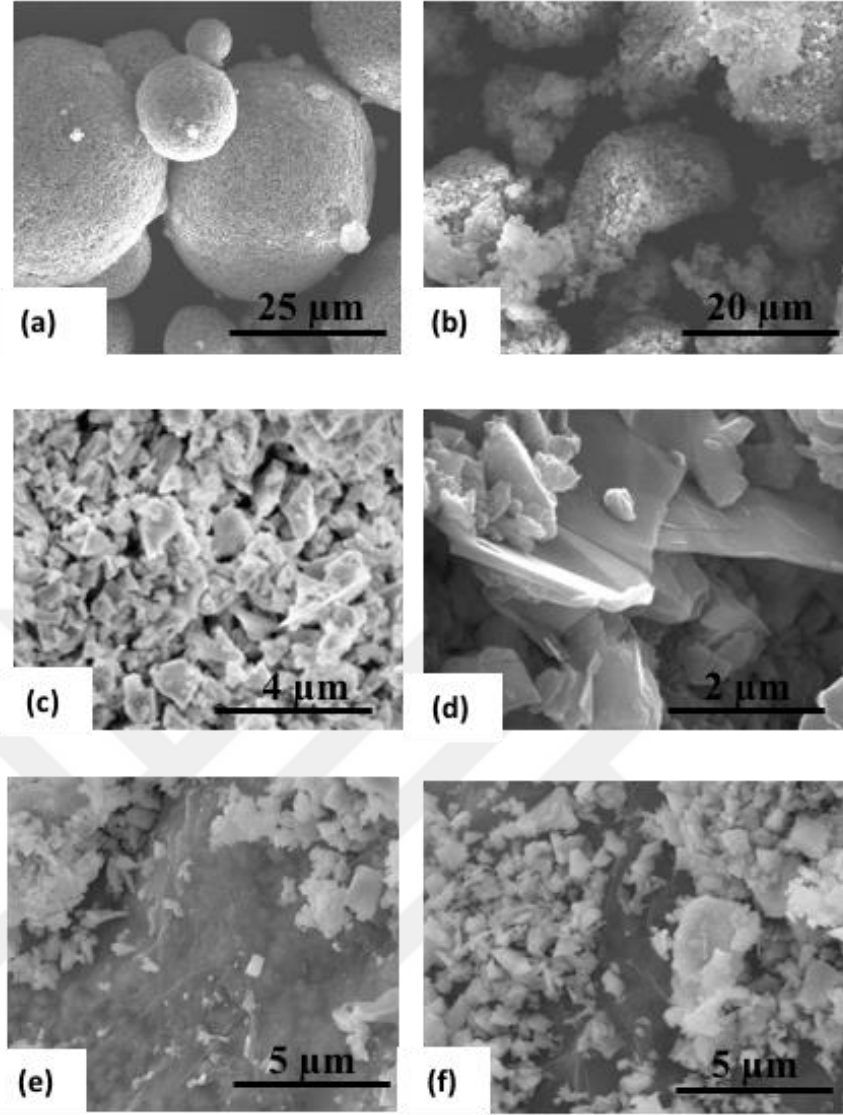
#### 4.2 Granüllerin Karakterizasyonu

Hazırlanan iGO'lar SiC toza ağırlıkça Çizelge 4.1'de verilen oranlarda katkılanmıştır.

Çizelge 4. 1: Farklı iGO içeren toz karışımlarının malzeme katkı oranları.

Numune Adı	SiC % ağırlık	B <sub>4</sub> C % ağırlık	Reçine % ağırlık	PEG % ağırlık	iGO % ağırlık
<b>0G</b>	90.45	0.51	2.76	6.28	0.00
<b>0.5G</b>	90.00	0.51	2.75	6.24	0.50
<b>0.75G</b>	89.78	0.50	2.74	6.23	0.75
<b>1G</b>	89.55	0.50	2.73	6.22	1.00
<b>1.5G</b>	89.09	0.50	2.72	6.19	1.50
<b>2G</b>	88.64	0.49	2.70	6.15	2.00
<b>2.5G</b>	88.20	0.49	2.69	6.12	2.50
<b>5G</b>	85.93	0.48	2.62	5.97	5.00
<b>7.5G</b>	83.67	0.47	2.55	5.81	7.50

Bilyalı değirmen ile karıştırma, kurutma ve eleme işlemlerinden sonra granüller SEM ile incelenmiş ve görüntüler Şekil 4.3'te gösterilmiştir. Seramik tozlar ile iGO'ların homojen bir şekilde dağıldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 4. 3: Farklı iGO katkı oranlarına sahip granüllerin SEM görüntüleri, (a) 0G, (b) 1G, (c) 0G, (d) 1G, (e) 2.5G ve (f) 7.5G.

Granüllerin kap dolum yoğunluğu  $50 \text{ cm}^3$  hacimli bir kaba toz doldurularak tozun tartılması ile bulunmaktadır. Tozun ağırlığının kap hacmine bölünmesi ile kap dolum yoğunluğu elde edilmektedir.

Granüllerin tane boyut dağılımı Mastersizer 3000 cihazı ile ölçülmüş ve  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  ve  $d_{90}$  değerleri elde edilmiştir. Daha sonra elde edilen değerlerden granüllerin homojenite değerleri Eşitlik (4.1)'de gösterilen formül ile hesaplanmıştır [60].

$$\text{Homojenite} = \frac{(d_{90}-d_{10})}{d_{50}} \quad (4.1)$$

Granüllerin kap dolum yoğunluğu Çizelge 4.2'de gösterilmiştir. Homojenite değeri tozun dağılımı hakkında bilgi vermektedir. Granüllerin soğuk preste iyi

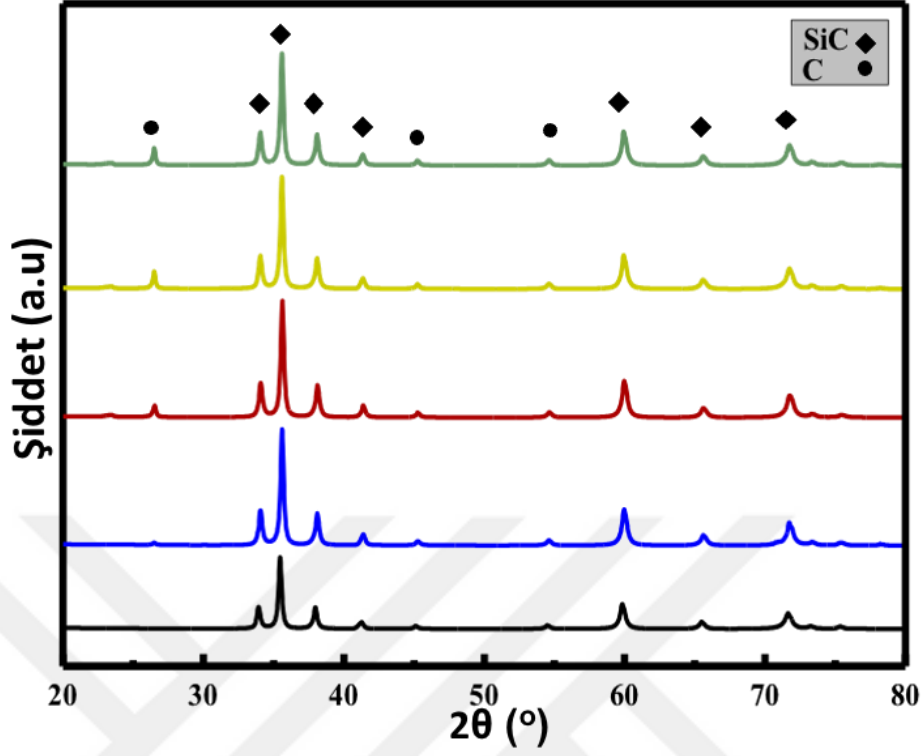
sıkıştırılabilirliği için tozun tane boyut dağılımı önemlidir. Homojenite değerinin 1'e yakın olması dağılımın ideallliğini belirlemektedir. Farklı iGO katkı oranlarındaki tozların tane boyut dağılımları ve homojenite değerleri benzerlik göstermektedir. Tüm granüllerde benzer sonuçların elde edilmesi granül hazırlama prosesinin uygun olarak yapıldığını göstermektedir. Öte yandan kap doluluk yoğunluğunun iGO oranının artmasıyla düştüğü gözlemlenmektedir. Bu durum yukarıda verilen Şekil 4.3 (a, b)'deki granüllerin SEM görüntüleri ile açıklanabilir. iGO'suz granüller daha küresel şekillere sahip iken, iGO eklenmesiyle bu kürelerin şekillerinde bozulmalar olduğu görülmektedir, bu da kap doluluk yoğunluğunda düşmeye sebep olabilir.

Çizelge 4. 2 : Farklı iGO içeren granüllerin kap doluluk yoğunlukları, tane boyutları ve homojenite değerleri.

Granül	Kap Doluluk Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )	Tane Boyut Dağılımı (µm)			Homojenite
		d10	d50	d90	
0G	0.84	56	320	705	2
0.5G	0.85	41	267	591	2
0.75G	0.83	48	296	614	2
1G	0.84	58	296	649	2
1.5G	0.84	42	325	701	2
2G	0.83	39	289	624	2
2.5G	0.83	51	280	570	2
5G	0.82	43	275	608	2
7.5G	0.79	36	315	692	2

Granüllerin XRD analizi yapılmış ve XRD grafikleri Şekil 4.4'te verilmiştir. Grafik incelendiğinde bilyalı değirmen ile karıştırma esnasında iGO ve SiC yapısında bir değişme olmadığı ve yeni bir faz oluşumu olmadığı doğrulanmıştır.

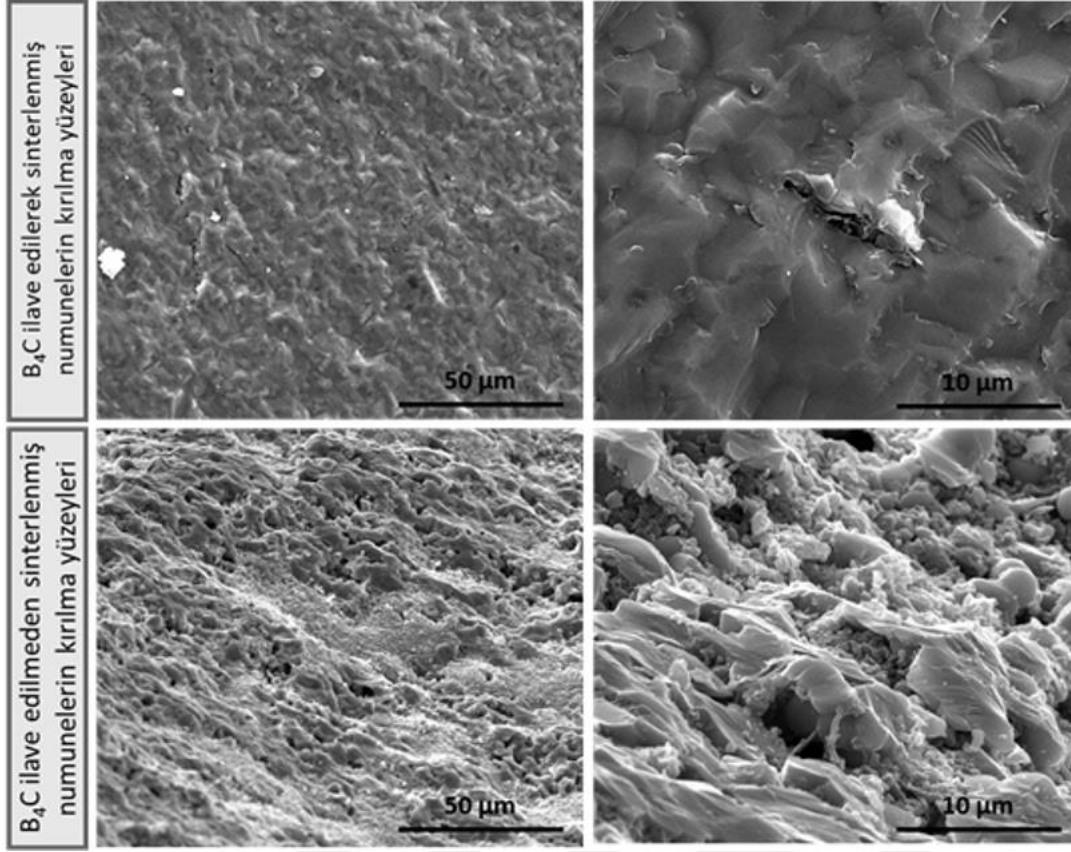




Şekil 4. 4: Farklı iGO içeren granüllerin XRD piklerini gösteren grafik.

### 4.3 B<sub>4</sub>C Katkısının Sinterlemeye Etkisi

Sinter sıcaklığını düşürücü katkı olarak kullanılan B<sub>4</sub>C'nin sinterlemeye etkisinin araştırılması için B<sub>4</sub>C katkısı içeren ve B<sub>4</sub>C katkısı içermeyen SiC granüller hazırlanmıştır. Hazırlanan granüller 2100 °C'de sinterlenmiş ve numuneler hazırlanmıştır. B<sub>4</sub>C katkısının sinterlemeye etkisinin anlaşılabilmesi için numuneler kırılmış ve kırılma yüzeyleri SEM ile incelenmiştir. Şekil 4.5'te B<sub>4</sub>C ilave edilerek ve edilmeden elde edilen numunelerin farklı büyütme oranlarında kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri verilmiştir. B<sub>4</sub>C eklenmeyen SiC seramik numunelerinin yüzeyinde küresel toz tanelerinin kaldığı ve diğer bölgelere ince boyunlar ile bağlandığı görülmektedir. Ayrıca taneler arasında boşluklar çok miktardadır. SiC tozlarına B<sub>4</sub>C ilave edilmesi ile elde edilen seramik numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde ise tüm tanelerin birleştiği aralarda çok az ve çok küçük boşlukların kaldığı görülmektedir.



Şekil 4. 5: (a) B<sub>4</sub>C ilave edilerek, (b) B<sub>4</sub>C ilave edilmeden elde edilen numunelerin farklı büyütme oranlarında kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri.

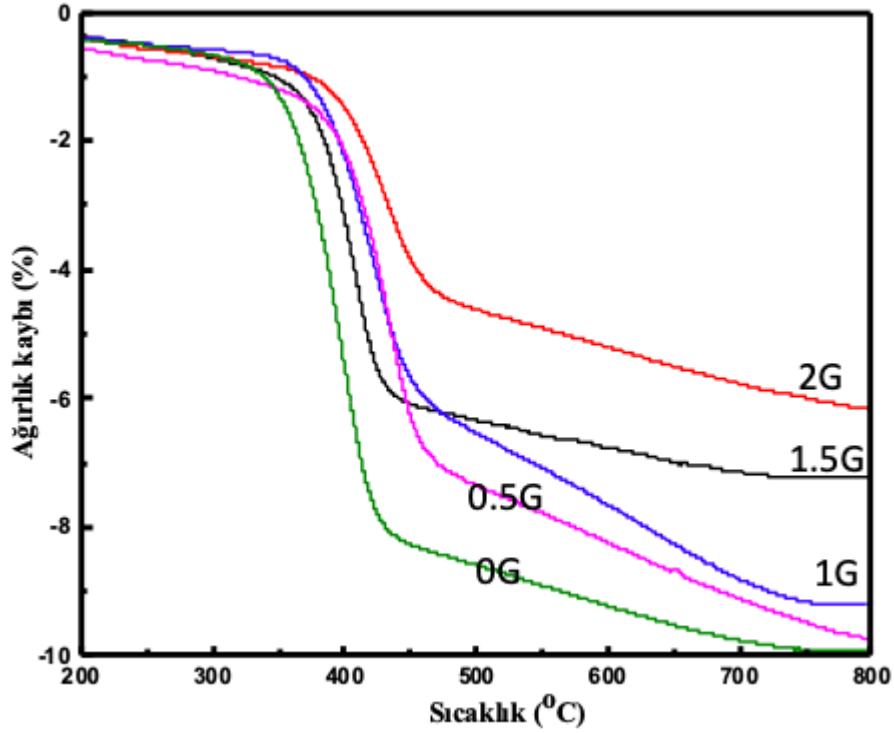
SEM görüntülerinden de anlaşıldığı üzere B<sub>4</sub>C SiC seramiklerin sinterlenme mekanizması üzerinde önemli bir rol oynamaktadır. Literatürde de Zhou ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada farklı oranlarda B<sub>4</sub>C ilavesinin SiC seramiklerin sinter davranışı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Bu çalışmada artan B<sub>4</sub>C oranı ile birlikte SiC seramiklerin daha iyi sinterlendiği ortaya konulmuştur [52].

#### 4.4 Isıl İşlem Sırasında Numunelerdeki Fiziksel Değişimler ve Yoğunluk

##### 4.4.1 Ağırlıktaki değişimler

Isıl işlem sırasında numunelerdeki fiziksel değişimleri incelemek amacıyla TGA çalışmaları yapılmıştır. TGA sonuçları Şekil 4.6'da verilmiştir. 0-200 °C aralığında tozların içerdiği % 0.3-0.4 aralığındaki nem kaybedilmiştir. Bu nedenle grafikte 200 °C'de ağırlık kaybı % 0.3-0.4 olarak görülmektedir. Sinterlenmiş iGO/SiC kompozitleri sırasıyla ağırlıkça % 0, 0.5, 1, 1.5 ve 2 iGO içermektedir. Bağlayıcı uçurma (dewax) işlemi 800 °C'de yapıldığı için TGA grafiğinin 200-800 °C arası

alınmıştır. Bağlayıcı uçurma (dewax) işlemi esnasında iGO içermeyen granüller yaklaşık olarak ağırlıkça %9.8'i kaybedilmiştir. Bu değer SiC tozuna katılan PEG ve reçine oranlarının toplamına yakındır. Yani bağlayıcı uçurma (dewax) işlemi sırasında PEG ve reçinenin neredeyse tamamı yapıdan uzaklaşmıştır. iGO oranı arttıkça ağırlık kaybının azaldığı görülmektedir. TGA bulgularına göre % Ağırlık kayıpları 0.5G, 1G, 1.5G ve 2 G için sırasıyla 9.6, 9.1, 7.1 ve 6.1'dir.

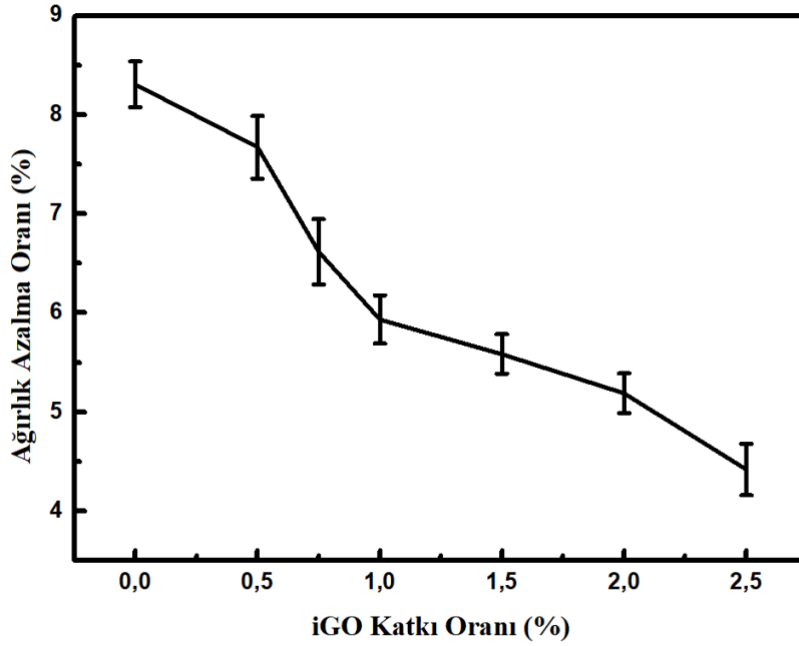


Şekil 4. 6: Farklı iGO içeren granüllerin TGA eğrileri.

iGO/SiC numunelerinin dewax öncesi ve sinter sonrası ölçülen ağırlıkları ve ağırlıklarındaki azalma miktarları Çizelge 4.3'te verilmiştir. iGO miktarına göre ağırlıkça azalma oranları Şekil 4.7'de gösterilmiştir. TGA sonuçları ile paralel şekilde iGO miktarının artmasıyla birlikte sinter sonrası kaybedilen ağırlık oranı azalmaktadır. Bu da artan iGO oranı ile yapıdan reçine ve PEG çıkışının zorlandığına işaret etmektedir. Grafen yapraklarının birçok sistemde difüzyon bariyeri olarak kullanıldığı bilinmektedir. Burada da aynı etkiyi göstermiş olabileceği düşünülmüştür. Dolayısıyla artan iGO oranı içeride gözenekli bir yapı ile artık karbonun daha fazla olabileceğini işaret etmektedir. Bu durumu test etmek için bir sonraki bölümde açıklandığı üzere numunelerdeki boyutsal değişimler ve yoğunluk ölçüm çalışmaları yapılmıştır.

Çizelge 4. 3: Farklı iGO içeren numunelerin dewax öncesi ilk ağırlığı, sinter sonrası son ağırlığı, reçine+PEG miktarı ve ağırlık kaybı değerleri.

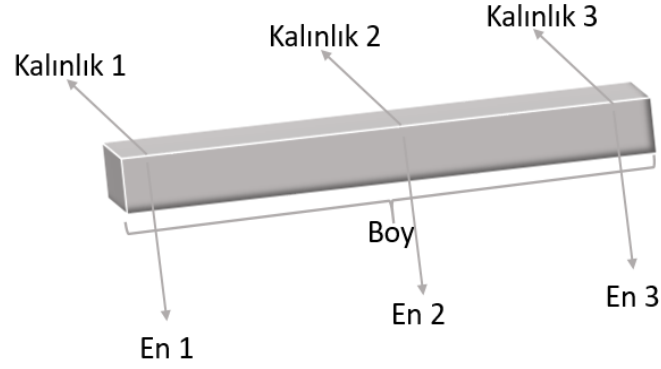
Numune	İlk Ağırlık (Dewax öncesi) (g)	Son Ağırlık (Sinter Sonrası) (g)	Ağırlık Kaybı (g)	Reçine + PEG (g)	Sinter Sonrası Ağırlık Kaybı (%)
<b>0G</b>	9.30±0.07	8.53±0.06	0.77±0.02	0.84	8.31±0.23
<b>0.5G</b>	9.50±0.0	8.77±0.06	0.72±0.03	0.85	7.67±0.32
<b>0.75G</b>	9.43±0.08	8.80±0.08	0.62±0.03	0.85	6.62±0.33
<b>1G</b>	9.67±0.11	9.10±0.10	0.57±0.03	0.87	5.93±0.24
<b>1.5G</b>	9.56±0.07	9.03±0.07	0.53±0.02	0.85	5.58±0.20
<b>2G</b>	9.78±0.06	9.27±0.05	0.51±0.02	0.87	5.19±0.20
<b>2.5G</b>	9.87±0.06	9.41±0.06	0.46±0.03	0.83	4.63±0.26



Şekil 4. 7: Farklı oranlarda iGO içeren numunelerin dewax öncesi ve sinter sonrası ağırlık farkının ölçülmesi ile oluşturulan ağırlık kaybı grafiği.

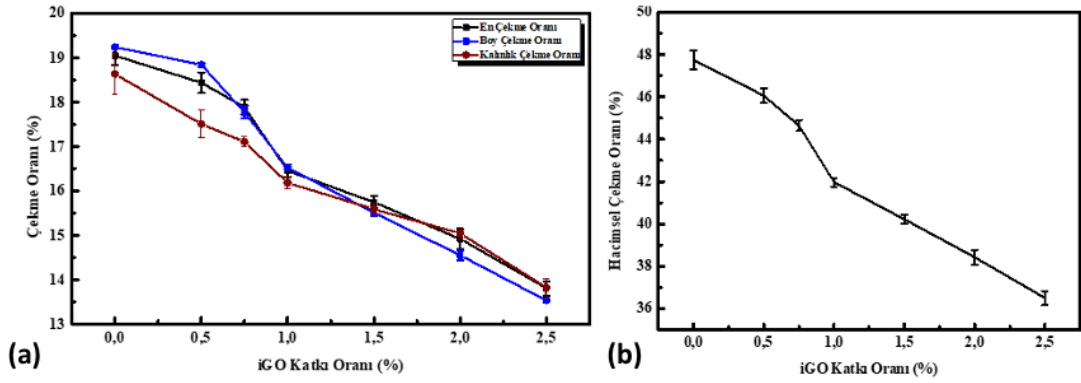
#### 4.4.2 Boyutlardaki değişimler

Şekil 4.8'de 3 nokta eğme test numunesine ait boyutların ölçüldüğü bölgeler gösterilmiştir. Kalınlık, en ve boy değerleri preslenmiş numunelerde ölçülmüş ve not alınmıştır. Sinter sonrasında aynı numunelerin boyutsal özellikleri tekrar ölçülmüş ve boyutsal değişim oranları hesaplanmıştır.



Şekil 4. 8: 3 nokta eğme test numunesinin boyut ölçümlerinin yapıldığı bölgelerin şematik gösterimi.

Şekil 4.9'daki boyutsal çekme oranı grafikleri incelendiğinde katkısız SiC seramiklerin çekme oranının yaklaşık olarak %19 olduğu hesaplanmıştır. iGO katkı oranının artması ile birlikte ise çekme oranı azalmaktadır.



Şekil 4. 9: Artan iGO katkı oranına göre (a) en, boy, kalınlık çekme oranlarını ve (b) hacimsel çekme oranını gösteren grafikler.

#### 4.4.3 Sinterleme sonrası yoğunluk

Ağırlık ve hacim ölçümlerinden hesaplanan; Arşimet yöntemi ile ölçülen ve karışım kuralından belirlenen yoğunluk olmak üzere yoğunluk üç şekilde belirlenmiştir. Karışım kuralı Eşitlik (4.2)'de gösterilen denklem ile hesaplanmıştır ve kullanılan değer ve hesaplamaların sonuçları Çizelge 4.4'te verilmiştir.

$$\rho_c = \rho_f \cdot v_f + \rho_m \cdot v_m \quad (4.2)$$

Bu denklemde  $\rho_c$ : karışımın yoğunluğu,  $\rho_f$ : iGO'nun yoğunluğu,  $\rho_m$ : SiC'ün yoğunluğu,  $v_f$ : iGO'nun karışımdaki hacmi,  $v_m$ : SiC'ün karışımdaki hacmi'dir.

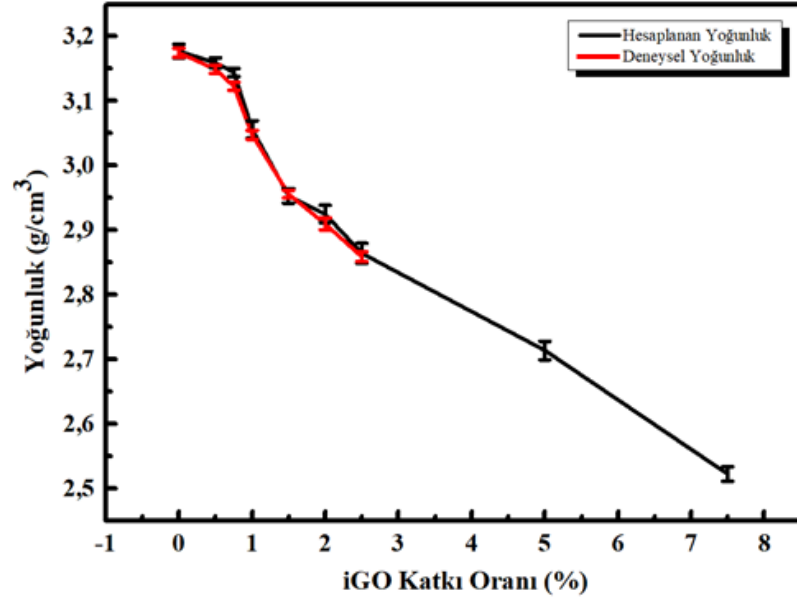
Çizelge 4. 4 Karışım kuralı ile hesaplanan yoğunluk değerleri.

Numune	Karışım Kuralına göre hesaplanan yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
<b>0G</b>	3.22
<b>0.5G</b>	3.15
<b>0.75G</b>	3.12
<b>1G</b>	3.08
<b>1.5G</b>	3.02
<b>2G</b>	2.95
<b>2.5G</b>	2.89
<b>5G</b>	2.63
<b>7.5G</b>	2.41

Arşimet yöntemi ile deneysel olarak ölçülen ve kütle/hacim ilişkisinden hesaplanan numunelerin yoğunlukları karşılaştırmalı olarak Çizelge 4.5'te ve Şekil 4.10'da verilmiştir. Buna göre iki yöntem ile elde edilen bulgular birbiriyle uyumludur. Bu bulgular, artan iGO oranı ile numunelerin yoğunluklarının azaldığını göstermektedir.

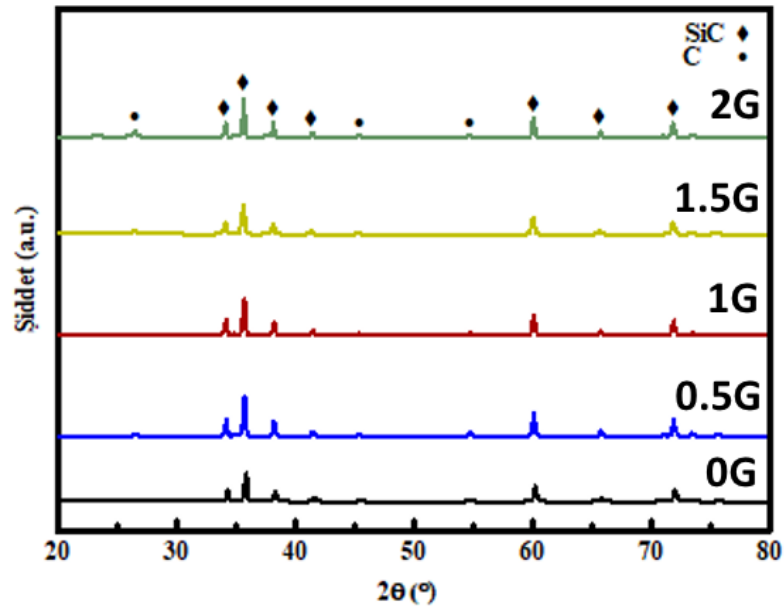
Çizelge 4. 5: Sinter sonrası numunenin son ağırlık ve hacim ölçümlerinden hesaplanan ve Arşimet Yöntemi ile ölçülen yoğunlukları.

Num	Son Ağırlık (Sinter Sonrası) (g)	Hacim (cm <sup>3</sup> )	Ağırlık ve Hacim Ölçümlerinden Hesaplanan Yoğunluk $d=m/V$ (g/cm <sup>3</sup> )	Arşimet Yöntemi ile ölçülen yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Karışım Kuralına göre hesaplanan yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
<b>0G</b>	8.53±0.06	2.69±0.02	3.18±0.01	3.17±0.01	3.22
<b>0.5G</b>	8.77±0.06	2.78±0.02	3.16±0.01	3.15±0.01	3.15
<b>0.75G</b>	8.80±0.08	2.80±0.03	3.14±0.01	3.12±0.01	3.12
<b>1G</b>	9.10±0.10	2.98±0.03	3.06±0.02	3.05±0.01	3.08
<b>1.5G</b>	9.03±0.07	3.06±0.03	2.95±0.01	2.95±0.01	3.02
<b>2G</b>	9.27±0.05	3.17±0.02	2.93±0.01	2.91±0.02	2.95
<b>2.5G</b>	9.41±0.06	3.28±0.02	2.86±0.02	2.86±0.01	2.89
<b>5G</b>	9.54±0.04	3.51±0.01	2.71±0.02	-	2.63
<b>7.5G</b>	9.61±0.05	3.81±0.02	2.52±0.01	-	2.41



Şekil 4. 10: Artan iGO katkı oranına göre hesaplanan ve Arşimet yöntemi ile ölçülen yoğunlukları gösteren grafik.

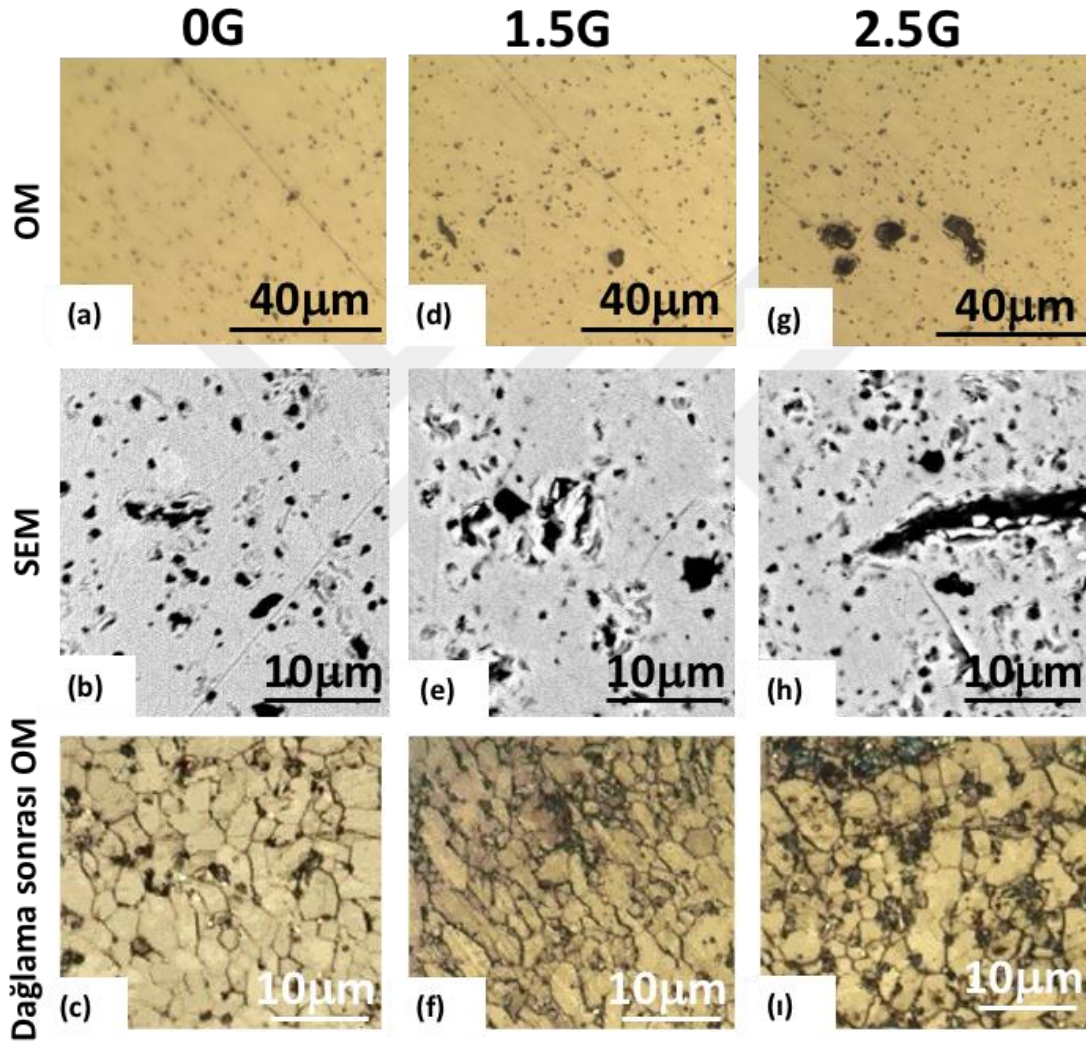
Buna göre, iGO oranının artması ile yoğunluktaki düşmenin açıklanabilmesi için sinterlenmiş numunelerin mikroyapıları incelenmiştir. Sinterlenmiş numunelerin XRD sonuçları Şekil 4.11’de gösterilmiştir. Sinterlenmiş numunelerin XRD pikleri incelendiğinde iGO pikinin artan iGO miktarına göre artış gösterdiği görülmüştür. Ayrıca sinter sonrası XRD piklerinin değerleri granüllerin xrd piklerinin değerleri ile karşılaştırıldığında benzer pik değerleri görülmüştür. Farklı piklerin görülmemesi sinterleme prosesinde yeni fazların oluşmadığını göstermektedir.



Şekil 4. 11: Farklı oranlarda iGO içeren sinterlenmiş numunelerin XRD piklerini gösteren grafik.



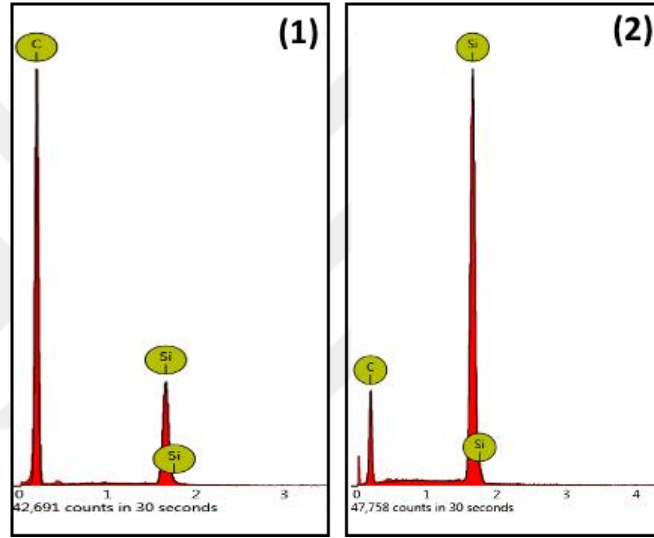
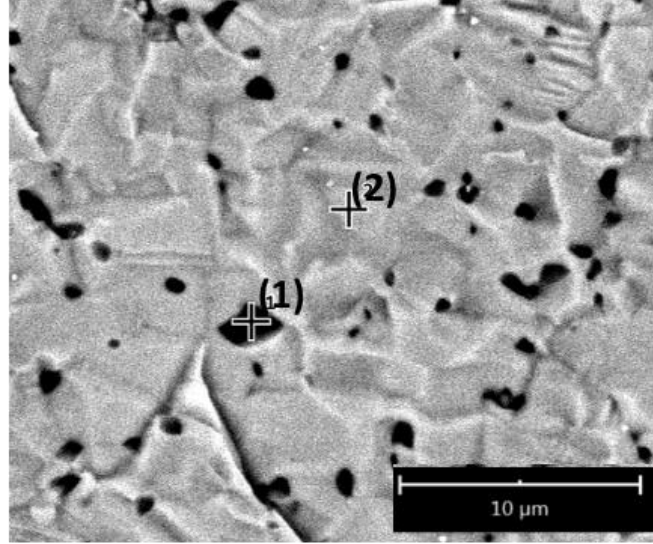
iGO artışının yoğunluğu düşürmede etkisi şu şekilde açıklanabilir: iGO, PEG ve Reçinenin ayrışmasından çıkan gazların yapıdan çıkmasını engelliyor olabilir, bu durumda da artan iGO miktarı ile daha gözenekli bir yapı oluşması beklenir. Bu durumu kontrol etmek için farklı oranlarda iGO katılmış numunelerin sinterlenme sonrası mikroyapıları incelenmiştir. Şekil 4.12'den de görüleceği üzere iGO oranı arttıkça yapıdaki boşluk/karbon ikinci fazlarının miktarı ve sayısı artmaktadır.



Şekil 4. 12: 0G numunesine ait (a) OM görüntüsü, (b) SEM görüntüsü, (c) dağlama sonrası OM görüntüsü, 1.5G numunesine ait (d) OM görüntüsü, (e) SEM görüntüsü, (f) dağlama sonrası OM görüntüsü ve 2.5G numunesine ait (g) OM görüntüsü, (h) SEM görüntüsü, (i) dağlama sonrası OM görüntüsü.

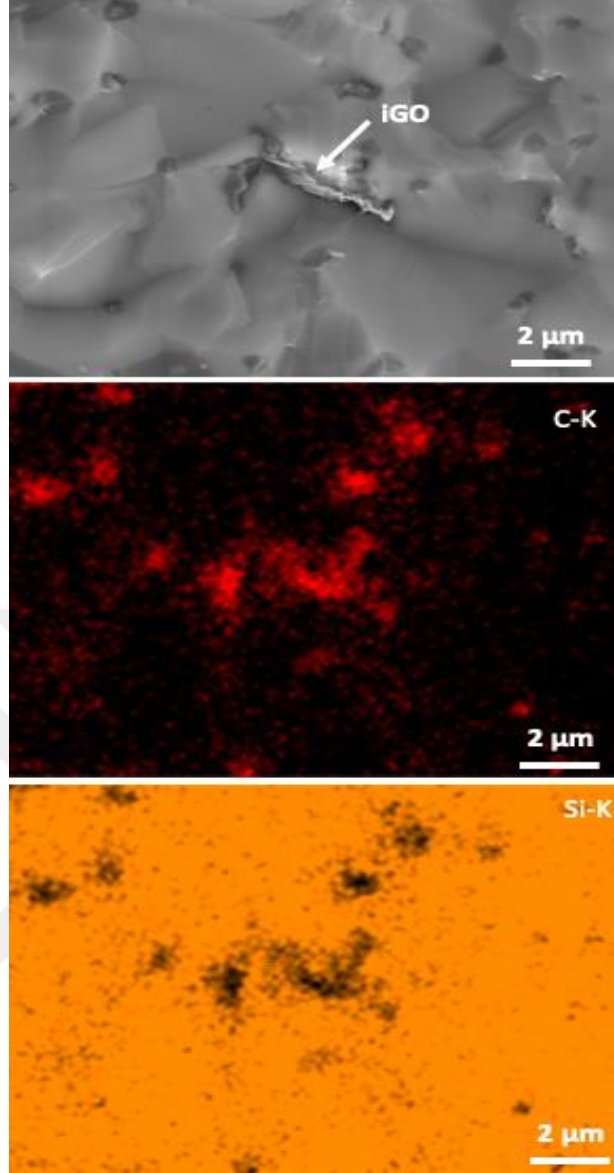
Buradaki siyah alanların EDS çalışmaları da yapılmıştır. Şekil 4.13'te görüldüğü üzere yapılan spot analizlerinde, siyah alanlardan gelen C sinyali yüksektir.





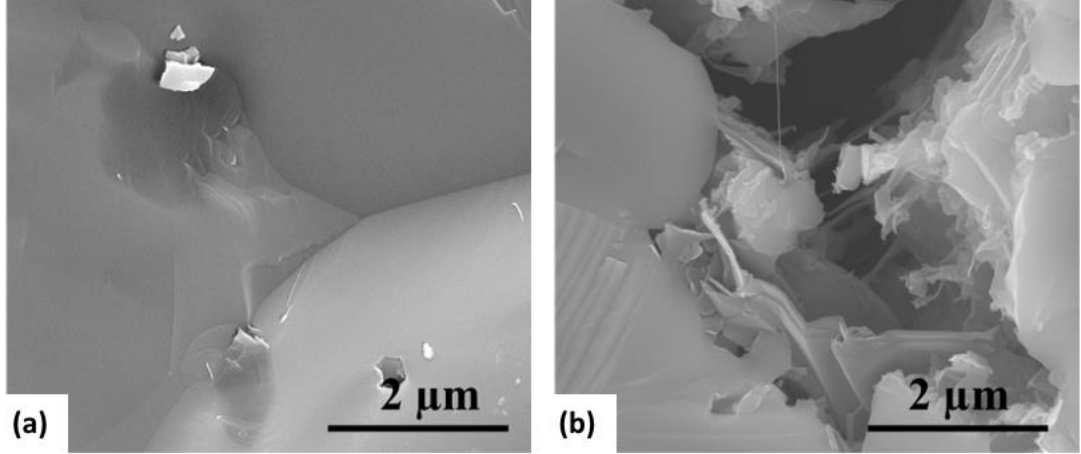
Şekil 4. 13: 1.5G numunesinin kırık yüzeyinden alınan EDS sinyalleri.

Benzer şekilde Şekil 4.14'te de kırık yüzeyde verilen alanda haritalama yapılmıştır. Buradaki SEM görüntüsünde iGO yaprağı net bir şekilde görülebilmektedir. Haritalamada da burada karbon yoğunluğu görülmektedir. Bunun etrafında yine boşluk veya karbon kalıntısı gibi görünen alanlardanda karbon sinyali yüksek gelmektedir. Öte yandan karbon düşük proton sayısına sahip olduğundan EDS çalışmalarında çok sağlıklı bilgi alınamamaktadır. Ayrıca boşlukların numune hazırlarken veya sonradan da karbon ile dolma ihtimaline olduğu da gözönünde bulundurulmalıdır. Bu bağlamda literatüre bakıldığında da bu alanlar “boşluk veya karbon” olarak etiketlenmektedir. Bunların ayrımı için daha ileri karakterizasyon teknikleri kullanılmalıdır.



Şekil 4. 14: 1.5G numunesinin kırık yüzeyine yapılan haritalandırma sonucu C ve SiC yoğunlukları.

iGO'nun diğer bir etkisi de sinterlenmede görülmektedir. Daha önce Şekil 4.3'te gösterildiği gibi SiC tozları iGO'lar üzerinde birikmektedir ve sinter işlemi sırasında iGO'lar taneler arasında kalarak sinterlenmeyi zorlaştırabilir. Sinterlenmesi engellenen numunelerde taneler büyüyememekte ve birleşmemektedir. Daha önceki dağlanmış numuneler üzerinde yapılmış karşılaştırmalı optik mikroskop çalışmasında da iGO oranının artmasıyla tane boyutunda küçülme kaydedilmiştir. iGO/SiC numunelerde Şekil 4.15'te gösterildiği gibi artan iGO oranı ile birlikte tane aralarında boşluklar gözlemlenmektedir. Bu nedenle yoğunluklarda düşüş olduğu düşünülmektedir.

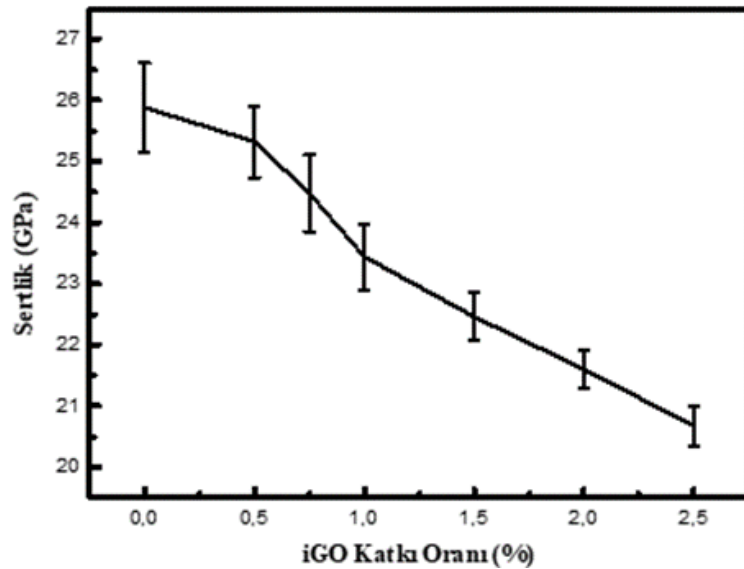


Şekil 4. 15: (a) 0G ve (b) 1.5G numunelerinin kırık yüzeylerinde tane sınırının SEM görüntüleri.

#### 4.5 iGO/SiC Kompozitlerin Mekanik Özellikleri

##### 4.5.1 Sertlik test bulguları

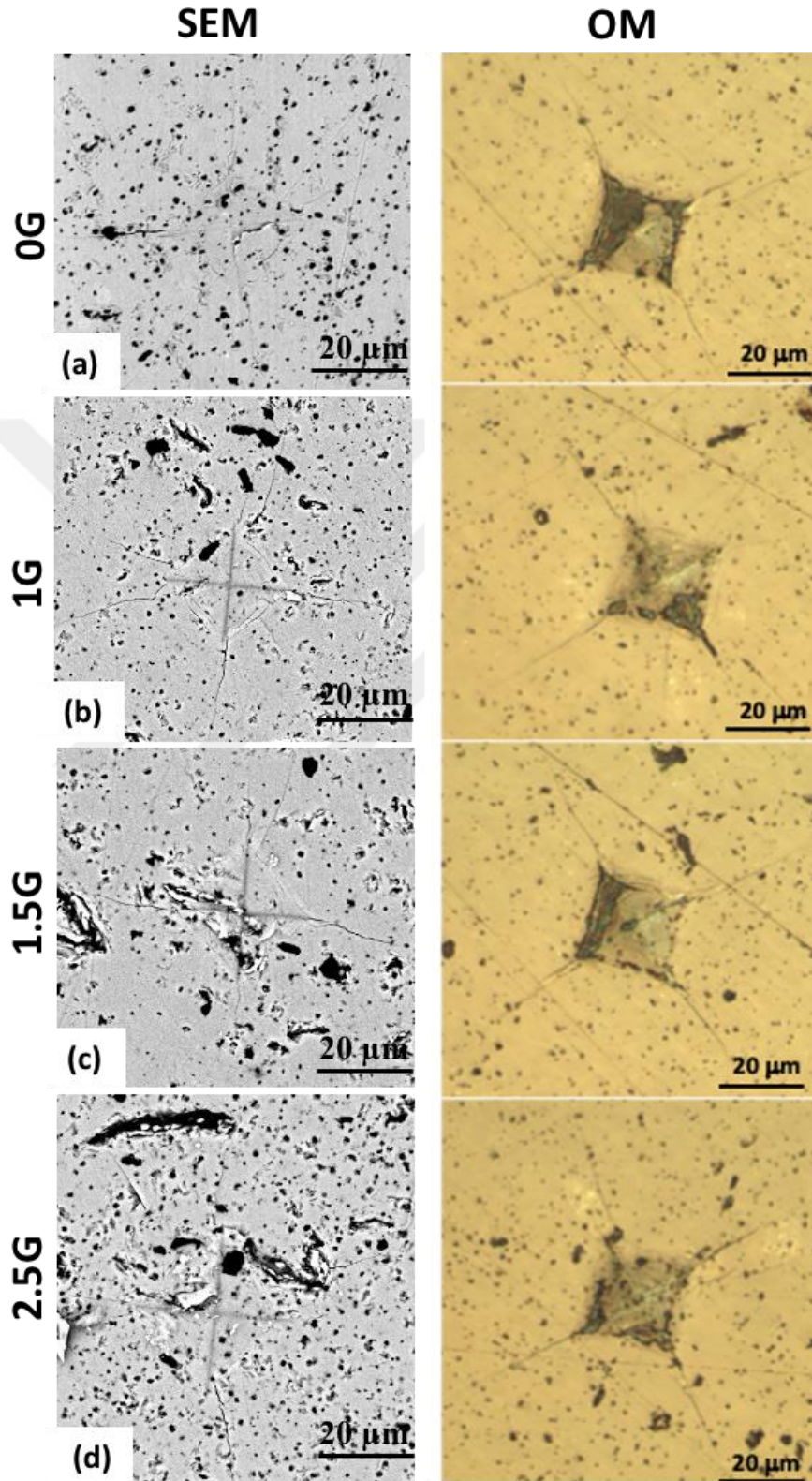
iGO katkı oranına göre sertlik deney sonuçları Şekil 4.16'da verilmiştir. Grafen katkılanmadığı durumda sertlik 26 GPa iken, artan iGO oranı ile birlikte sertliğin azaldığı, 2.5% iGO katkılanmış için 15 GPa'a kadar düştüğü görülmüştür. Bu düşüş boşlukların, nispeten yumuşak olan karbon fazının artması ve yoğunluğun azalması ile açıklanabilir.



Şekil 4. 16: Artan iGO içeriğine göre numunelerin sertlik değişimlerini gösteren grafik.

Şekil 4.17'de farklı grafen katkı oranları ile hazırlanmış numunelerin girinti (indentation) metalografik görüntülerini göstermektedir. 5G ve 7.5G numunelerinde

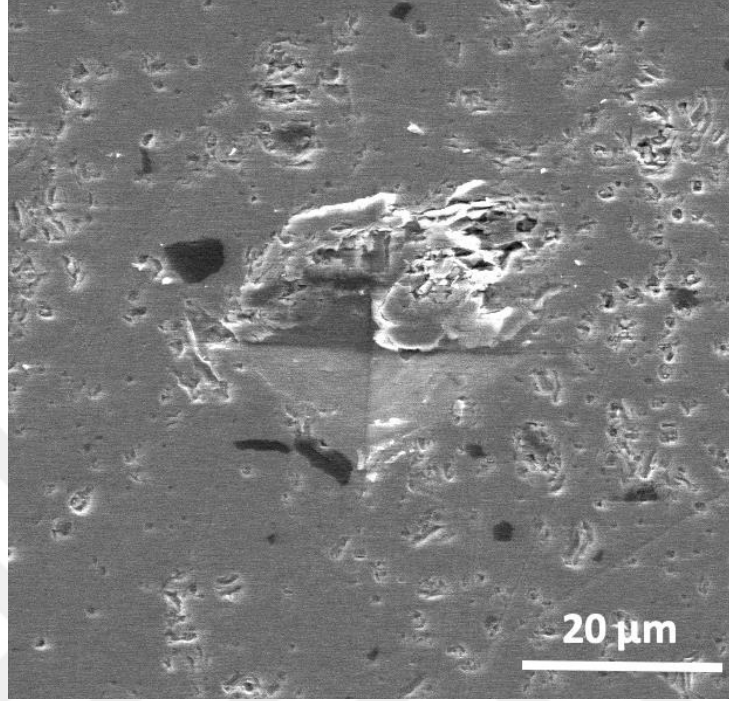
zımparalama sırasında kopmalar olduğundan metalografik hazırlama yapılamadı ve sertlik ölçümleri alınamadı.



Şekil 4. 17: Farklı iGO katkı oranları ile hazırlanmış numunelerin SEM ve OM görüntüleri, (a) 0G, (b) 1G, (c) 1.5G ve (d) 2.5G.



Ayrıca %2.5 iGO katkılı numunede radyal çatlak uzunluğunun azaldığı görülmüştür. Hatta 2.5G numunesindeki bazı ölçümlerde, girinti çatlağı kırılma enerjisini dağıttığından, radyal çatlak oluşumu gözlemlenmemiştir (Şekil 4.18).

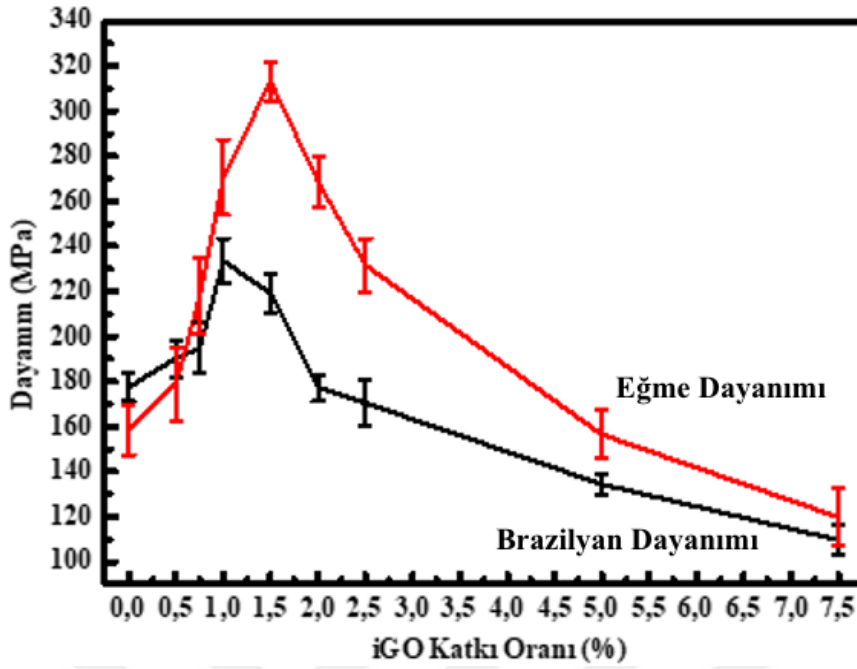


Şekil 4. 18: 2.5G numunesinin girinti (indentation) metalografik SEM görüntüsü.

#### 4.5.2 Dayanım test bulguları

Farklı iGO oranlarının sinterlenmiş SiC seramiklerinin eğme ve Brezilyan dayanımı üzerindeki etkileri Şekil 4.19'da gösterilmektedir. Grafen içeriği ağırlıkça %0'dan %2.5'e yükseldikçe, SiC numunelerinin eğme mukavemeti ilk başta artar ve daha sonra azalır. iGO içeriğinde %1.5 ağırlıkta 320 MPa'lık en yüksek eğme mukavemetine ulaşılır. Benzer şekilde numunelerin Brezilyan dayanımı da önce artış ve sonra azalış davranışı gösterir. Brezilyan dayanımda en yüksek değer olan 230 MPa %1 iGO için elde edilmiştir.

Dayanımda görülen baştaki artışın nedeni tane boyutlarındaki düşme ile açıklanabilir. Öte yandan iGO oranının %1.5 üzerine çıkmasıyla boşluklarda ve karbon toplanmasında ciddi artış görüldüğünden bu durum dayanımın düşmesine sebep olduğunu düşündürmektedir.



Şekil 4. 19: Artan iGO içeriğine göre numuların eğme dayanımı ve Brazilyan dayanımını gösteren grafikler.

#### 4.5.3 Girinti kırılma tokluğunun belirlenmesi

Genelde kırılma tokluğu ölçümlerinde literatürde iki teknik kullanılmaktadır: Vickers girinti kırılma tokluğu ve çentikli kiriş. Kolay olduğundan, bunlardan birincisi daha yaygındır; ancak malzemenin tokluğunu yerel olarak ölçtüğü için kırılma tokluğu için mutlak değerler sağlamaz. Öte yandan bu çalışmada bu yöntem iGO'nun katkı oranının etkisini incelemek amacıyla karşılaştırmalı olarak kullanılmıştır. Bu bağlamda girinti kırılma tokluğunu bulmak için Anstis's denklemi (Eşitlik (4.3)) kullanılmıştır [61].

$$K_{IC} = 0.16 \times \left( \frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \times \frac{P}{c^{\frac{3}{2}}} \quad (4.3)$$

Bu denklemde  $K_{IC}$  girinti kırılma tokluğunu,  $H$  Vickers sertliği,  $E$  elastik modülü,  $P$  uygulanan kuvveti,  $c$  ise radyal çatlak boyutunun yarısını ifade etmektedir.

Malzemenin elastik modülü ölçülen ses hızlarına dayalı olarak hesaplamalarla belirlenebilmektedir. Ses hızı, uygun ekipmanla ultrasonik darbe eko teknikleri kullanılarak ölçülebilir. Bu tez çalışması için numunelerin ses hızı ODTÜ tahribatsız muayene biriminde ölçülmüştür ve Çizelge 4.6'da verilmiştir. Daha sonra Eşitlik (4.4) ve Eşitlik (4.5) kullanılarak elastik modül hesaplanmıştır (Çizelge 4.6) [62].

$$\text{Elastik Modül}(E) = \frac{V_L^2 \rho (1+\nu)(1-2\nu)}{1-\nu} \quad (4.4)$$

Bu denklemden  $V_L$ : boyuna ses hızı,  $\rho$ : yoğunluk ve  $\nu$ : Poisson oranı'dır.

Poisson Oranı da Eşitlik (4.5) kullanılarak bulunmuştur [62].

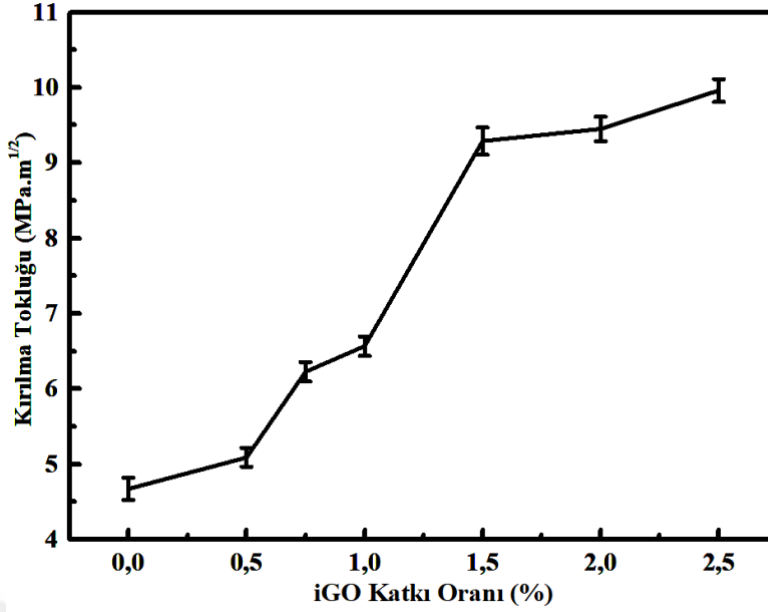
$$\text{Poisson oranı}(\nu) = \frac{1-2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}{2-2\left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2} \quad (4.5)$$

Bu denklemden  $V_T$ : enine ses hızı,  $V_L$ : boyuna ses hızı'dır.

Çizelge 4. 6: Sinter sonrası numunelerin kalınlık, yoğunluk, boyuna ve enine ses hızı, Poisson oranı ve elastik modül değerleri.

Num	Yoğ. (g/m <sup>3</sup> )	Boyuna Ses Hızı (m/s)	Enine Ses Hızı (m/s)	Poisson Oranı ( $\nu$ )	E(Gpa)	Girinti Kırılma Tokluğu (MPa.m <sup>1/2</sup> )
0G	3.17±0.01	12109.27±62.91	7648.90±54.85	0.17±0.01	433.45±3.06	4.67±0.15
0.5G	3.16±0.01	11834.34±144.04	7558.91±115.80	0.16±0.01	417.02±11.12	5.09±0.12
0.75G	3.14±0.01	11722.63±34.02	7542.18±43.43	0.15±0.01	410.31±2.42	6.22±0.13
1G	3.06±0.03	11599.45±49.28	7399.86±39.03	0.16±0.01	396.1±5.49	6.57±0.13
1.5G	2.96±0.01	11145.31±361.22	7250.31±58.67	0.13±0.05	349.06±40.34	9.29±0.18
2G	2.92±0.02	10544.75±216.46	6943.12±30.86	0.12±0.03	329.65±12.41	9.45±0.16
2.5G	2.89±0.01	10131.29±48.36	7301.62±57.10	-0.04±0.03	319.53±3.95	9.96±0.15

Değerlerin Eşitlik (4.3)'te yerine konmasıyla bulunun girinti kırılma tokluğu değerleri farklı oranlardaki iGO'ya göre Şekil 4.20'de görülmektedir.

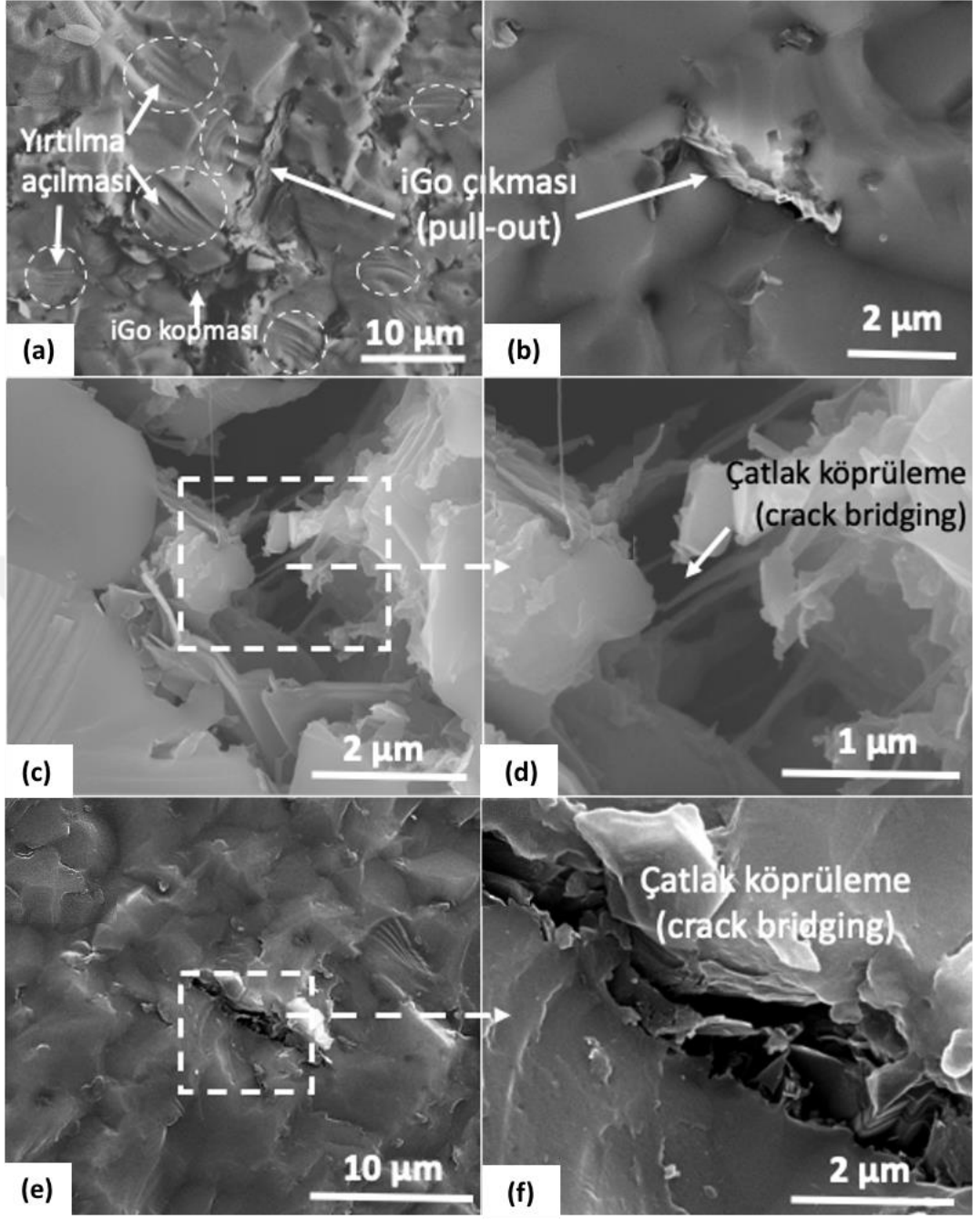


Şekil 4. 20: Artan iGO içeriğine göre numelerin girinti kırılma tokluğunu gösteren grafik.

Bu bulgular ışığında %2.5'e kadar iGO oranının artmasıyla, girinti kırılma tokluğu değerlerinde %1.5 iGO oranında yüksek, sonrasında daha az olan bir artış görülmektedir. Buna göre %1.5 iGO oranında girinti kırılma tokluğundaki artış %82, %2.5 için ise %132'dir.

Şekil 4.21'de numunelerde gözlemlenen çeşitli tokluk artırıcı mekanizmalar örneklendirilmiştir. Seramik matris ve iGO'lar arasında güçlü etkileşim olması iGO/SiC seramik kompozitlerin mekanik özelliklerini arttırmaktadır. Güçlü etkileşim sayesinde seramik matristen iGO'lara yük transferi olmakta ve iGO/SiC seramik kompozitler daha yüksek girinti kırılma tokluğu göstermektedir. Ayrıca, seramik matris ve iGO'lar arasındaki arayüzde iGO'ları çıkarmak için arayüzler arasındaki sürtünme kuvvetinin aşılması gerekmektedir. Arayüzeyde oluşan sürtünme kuvveti girinti kırılma tokluğunun artmasına neden olmaktadır. Tane sınırlarında bulunan iGO'ların yanı sıra matris içerisinde topaklanmış iGO'lara da rastlanmaktadır. Topaklanmış olarak bulunan bu iGO'lar çatlakların yayılması sırasında, çatlağın sönümlenmesine yardımcı olarak kompozitlerin girinti kırılma tokluğuna katkıda bulunmaktadır. Ayrıca iGO oranının %1.5'a kadar artmasıyla birlikte yüzeyde görülen yırtılma açılmalarında artış gözlemlenmiştir. Yırtılma açılmaları çatlak yayılma yolunun toplam uzunluğunu artırarak daha fazla enerji absorplanmasına katkıda bulunmaktadır.





Şekil 4. 21: Numunelerde gözlemlenen çeşitli tokluk artırıcı mekanizmalar, (a) yırtılma açılması ve iGO kopması, (b) iGO çıkması, (c), (d), (e), (f) çatlak köprüleme.

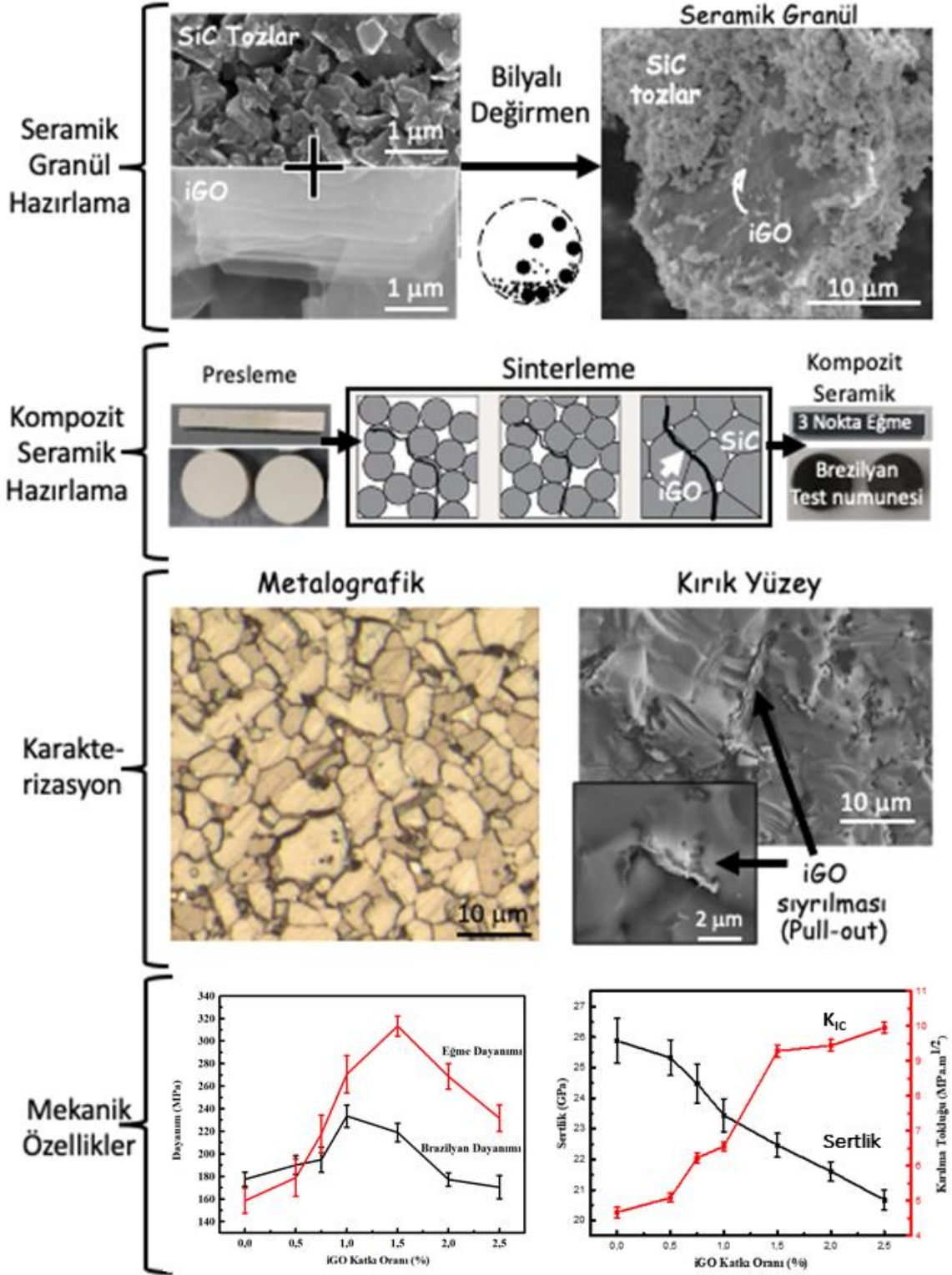


## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Yüksek kırılma tokluğu çoklu balistik atışlarda seramik malzeme için önemli bir özelliktir. Balistik olay sırasında zırh seramiklerinin parçalanması nedeniyle, tek bir atışından sonra seramiklerin balistik performansları %70 oranında azalmaktadır [63]. Bunun sebebi seramik malzemenin yapısında atıştan sonra oluşan çatlakların çok geniş bir bölgeye yapılacak, diğer atış bölgelerinde zaafiyet oluşturmasıdır. Seramik malzemelerin kırılma tokluğu arttırıldığında seramiklerin çoklu atışlara dayanma kabiliyeti artmaktadır.

Silisyum karbür (SiC)'ün, yüksek erime sıcaklığı, yüksek elastik modülü, görece düşük yoğunluğu ve yüksek korozyon direnci gibi özellikleri nedeni ile balistik uygulamalarda öne çıkmaktadır. Öte yandan düşük kırılma tokluğu SiC'ü balistik alanda kullanımını kısıtlamaktadır. Bu bağlamda bu tez çalışmasında basınçsız sinterlenmiş SiC seramiklerin girinti kırılma tokluğunu artırmak için indirgenmiş grafen oksit (iGO), katkı malzemesi olarak kullanılmıştır.

Bunun için öncelikle grafit tozundan maliyeti uygun olacak şekilde indirgenmiş grafen oksit (iGO) yaprakları sentezlenip, çeşitli oranlarda SiC tozları ve bağlayıcılarla karıştırılarak seramik granüller elde edilmiştir. Bu granüllerden önce soğuk pres ile yaş seramik sonrasında da 2100 °C'de Ar atmosferinde sinterlenerek kompozit seramikler elde edilmiştir. Sürecin her aşamasında ara yapılar XRD, SEM ve Raman Spektroskopisi kullanılarak karakterize edilmiş. Farklı iGO katkı oranları kullanılarak hazırlanan kompozit seramiklerin mekanik özellikleri sertlik, eğme testi ve Brezilyan testi ile belirlenmiştir. Bu kapsamda yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar (Şekil 5.1) şu şekilde özetlenebilir:



Şekil 5. 1 Tez çalışması için izlenen adımlar.

1. iGO'nun kompozit seramikler üzerindeki etkisini anlamak için %0 - 7.5 aralığında deęişen oranlarda iGO içeren seramik kompozitler incelenmiştir.
2. iGO katkısı olmadan hazırlanan SiC seramiklerde sinterleme sonrasında oldukça yoğun bir yapı elde edilmiştir. iGO'ların SiC seramiklere katkılanması, seramiklerin yoğunluklarında azalmaya neden olmuştur. Bunlar iGO katkısı ile yapıdaki boşlukların artması ile açıklanmıştır.
3. Mikro-sertlik ölçümleri ağırlıkça %0 - %2.5 aralığında iGO katkılı numuneler için yapılabilmektedir. Ağırlıkça %5 ve %7.5 iGO içeren seramiklerin yüzeylerinden metalografik hazırlama sırasında kopmalar ve parçalanmalar olduğundan bu numunelerden sertlik ölçümü alınamamıştır. Grafen katkılanmadığı durumda sertlik 26 GPa iken, artan iGO oranı ile birlikte sertliğin azaldığı, 2.5% iGO katkılanmış için 20 GPa'a kadar düştüğü görülmüştür. Bu düşüş boşlukların ve nispeten topaklanmış karbon fazının artması ve yoğunluğun azalması ile açıklanabilir.
4. Eğme ve Brezilyan dayanımı ise başlangıçta artmış ve ardından grafen içeriği ağırlıkça %1.5'den %2.5'a yükseldikçe azalmıştır.
5. iGO'nun katkı oranının girinti kırılma tokluğuna etkisini incelemek amacıyla karşılaştırmalı olarak kullanılmak üzere, Anstis's denklemi kullanılarak, Vickers girinti kırılma tokluğu değerleri elde edilmiştir. Bu denklemde kullanılan Sertlik izinin köşelerinde oluşan radyal çatlak uzunluğu, kuvvet ve sertlik değerleri mikro-sertlik deneylerinden; elastik modül ise ultrasonik darbe eko tekniği ile ses hızı ölçümlerinden elde edilmiştir. Sonuçlar iGO ağırlıkça %2.5'a kadar arttıkça girinti kırılma tokluğunun arttığını göstermiştir.
6. iGO/SiC seramik kompozitlerin mekanik özelliklerinin, iGO'nun matriste homojen dağılımı ve iGO'lar ile seramik matris arasındaki etkileşimden direk etkilendiği doğrulanmıştır. iGO'lar matris içerisinde homojen olarak dağılırsa sinterleme işlemi sırasında iGO'lar tane büyümesini sınırlandırarak daha küçük tane boyutlu numunelerin elde edilmesini sağlar. Küçük tane boyutuna sahip numuneler daha yüksek girinti kırılma tokluğu ve eğme mukavemeti gösterirler. Kırık yüzeyler incelendiğinde düşük oranlar için, iGO'ların SiC matriste iyi dağıtıldığı fakat iGO oranı arttıkça topaklanmaların olduğu görülmüştür. Ayrıca metalografik çalışmalardan, SiC matrisin tane boyutu incelendiğinde artan iGO yüzdesi ile tane boyutunun azaldığı tespit edilmiştir. Tane boyutundaki azalma, iGO'ların tane sınırlarındaki büyümeyi

sınırlandırması ile ilişkilendirilebilir. Tane boyutlarının hacimce % 0'dan % 1.5'a kadar artan iGO konsantrasyonu ile birlikte 4.31'den 2.87  $\mu\text{m}$ 'ye düştüğü görülebilir.

7. Numunelerin kırılma yüzeyleri incelendiğinde iGO katkılı numunelerde çatlak köprüleme ve grafen çıkması (pull-out) gibi tokluk artırıcı mekanizmaların aktif olduğu kaydedilmiştir. Ayrıca artan iGO katkı miktarı ile birlikte yırtılma açılmalarının arttığı görülmüştür. Yırtılma açılmaları çatlak yayılma yolunun toplam uzunluğunu artırarak daha fazla enerji absorplanmasına katkıda bulunmaktadır. Bu çalışmada, yırtılma açılma davranışının en belirgin, ağırlıkça %1 ve %1.5 iGO katkılmasında olduğu kaydedilmiştir.
8. Bu çalışma kapsamında, ağırlıkça %0 ila %7.5 aralığında çeşitli iGO oranlarına sahip SiC kompozitlerin özellikleri incelendiğinde (Çizelge 5.2), optimum değerlerin 1.5G numunesi için elde edilebileceği söylenebilir.
9. Optimum değer olarak seçilen ağırlıkça %1.5 iGO katkılı numune için, sertlik %13.2 ve yoğunluk %7.3 azalırken; girinti kırılma tokluğu %98.9, eğme dayanımı %98.1 ve Brezilyan dayanımı %23.7 artmıştır.
10. Çizelge 5.1'de Saint Gobain firması tarafından üretilen çeşitli performanslarda SiC seramiklerin yoğunlukları, sertlikleri, eğme dayanımları ve kırılma toklukları gibi mekanik özellikleri verilmiştir [Url-2]. Bu tez kapsamında elde ettiğimiz iGO/SiC kompozitlerin yoğunluk, sertlik ve eğme dayanımı değerleri Saint Gobain firması tarafından hafif çoklu atış plakaları olarak tanımlanan Sinterlenmiş SiC-B<sub>4</sub>C seramikleri ile benzerdir. Elde ettiğimiz iGO/SiC numunelerin kırılma tokluğu ise Saint Gobain firmasının plakalarının kırılma tokluğundan %151 daha yüksektir. Fakat bu değerlerin karşılaştırılması iki numunenin kırılma değerlerinin farklı yöntemler ile belirlenmesi nedeniyle çok doğru değildir.

Çizelge 5. 1: Saint Gobain firması tarafından üretilen farklı özelliklerdeki SiC seramik malzemeler [Url-2].

Özellikler	Farklı boyut ve şekil yeteneği Çoklu Atış	Sektöründe Öncü Performans	Çoklu Atış	Hafif Çoklu Atış	En Hafif Çoklu Atış
<b>Kompozisyon (Fazlar)</b>	Bağlanmış SiC	Sinterlenmiş SiC	Sinterlenmiş SiC	Sinterlenmiş SiC-B <sub>4</sub> C Kompozit	Sinterlenmiş SiC-B <sub>4</sub> C Kompozit
<b>Yoğunluk, g/cm<sup>3</sup></b>	2.8	3.15	3.15	2.89	2.75
<b>Sertlik, kg/mm<sup>2</sup> (Knoop)</b>	1200	2500	2500	2300	2300
<b>Eğilme Dayanımı, Mpa (4 nokta eğme)</b>	160	380	410	400	400
<b>Elastik Modül, GPa</b>	250	430	410	400	400
<b>Kırılma Tokluğu, Mpa.m<sup>1/2</sup></b>	3.5	3	3.5	3.5	3.7

Çizelge 5. 2: Farklı iGO içeriğine sahip numunelerin fiziksel ve mekanik özelliklerini gösteren özet tablo.

Numune Adı	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Vickers Sertlik (GPa)	Brezilyan Dayanımı (Mpa)	Eğme Dayanımı (Mpa)	Girinti Kırılma Tokluğu (MPa.m <sup>1/2</sup> )
<b>0G</b>	3.18±0.01	25.88±0.72	177±6	158±11	4.67±0.15
<b>0.5G</b>	3.16±0.01	25.32±0.58	190±8	179±16	5.09±0.12
<b>0.75G</b>	3.14±0.01	24.47±0.62	194±11	217±16	6.22±0.13
<b>1G</b>	3.06±0.02	23.44±0.53	233±9	270±12	6.57±0.13
<b>1.5G</b>	2.95±0.01	22.46±0.32	219±8	313±9	9.29±0.18
<b>2G</b>	2.93±0.01	21.60±0.33	177±6	268±11	9.45±0.16
<b>2.5G</b>	2.86±0.02	20.67±0.32	170±10	231±11	9.96±0.15
<b>5G</b>	2.71±0.02	-	134±5	156±10	-
<b>7.5G</b>	2.52±0.01	-	109±6	119±12	-





## KAYNAKLAR

- [1] **Saddow, S. E., Agarwal, A.,** (2004). Advances in Silicon carbide processing and applications, *Silicon carbide Overview*, 1-23.
- [2] **Karandikar, P., Givens, B., Liszkiewicz, A., Wong, S., Aghajanian, M.,** (2014). Effects of Novel Geometric Designs on the Ballistic Performance of Ceramics, *38th International Conference on Advanced Ceramics and Composites*, Florida, USA, January 27–31.
- [3] **Fan, Y., Wang, L., Li, J., Sun, S., Chen, F., L., Jiang, W.,** (2010). Preparation and electrical properties of graphene nanosheet/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites, *Carbon N. Y.*, 48, 1743–1749.
- [4] **Kovalčíková, A., Sedlák, R., Rutkowski, P., Dusza, J.,** (2016). Mechanical properties of boron carbide + graphene platelet composites, *Ceram. Int.*, 42, 2094–2098.
- [5] **Kvetková, L., Duszová, A., Hvizdoš, P., Dusza, J., Kun, P., Balázsi, C.,** (2012). Fracture toughness and toughening mechanisms in graphene platelet reinforced Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composites, *Scr. Mater.*, 66, 793–796.
- [6] **Carneim, T.J., Green, D.J.,** (2001). Mechanical Properties of Dry - Pressed Alumina Green Bodies, *Journal of American Ceramic Society*, 84, 1405-1410.
- [7] **Cline, C.F., Wilkins, M.L.,** (1969). The importance of material properties in ceramic armor, *DCIC Report 69-1; Part I: Ceramic Armor*, 13-18.
- [8] **Landingham, R.L., Casey, A.W.,** (1972). Final Report of the Light Armor Materials Program, UCRL-57269.
- [9] **Schneider, S. J.,** (1991). *Engineered materials handbook*, American Society of Metals.
- [12] **Agrawal, D.,** (2010). Microwave sintering of ceramics, composites and metal powders, *Sintering of Advanced Materials*, 222-248.
- [13] **Yamada, K., Mohri, M.,** (1991). Properties and Applications of Silicon Carbide Ceramics, *Silicon Carbide Ceramics*, 13-44.
- [14] **Belmonte, M., Nistal, A., Boutbien, P., Román-Manso, B., Osendi, M.I., Miranzo, P.,** (2016). Toughened and strengthened silicon carbide ceramics by adding graphene-based fillers, *Scripta Materialia*, 113, 127-130.
- [15] **Mermin, N.D.,** (1968). Crystalline order in two dimensions, *Phys. Rev.*, 176, 250-254.

- [16] **Yu, Q., Lian, J., Siriponglert, S., Li, H., Chen, Y.P., Pei, S.,** (2008). Graphene segregated on Ni surfaces and transferred to insulators, *Appl. Phys. Lett.*, 93, 113-103.
- [17] **Edwards, R.S., Coleman, K.S.,** (2013). Graphene synthesis: relationship to applications, *Nanoscale*, 5, 38-51.
- [18] **Warner, J.H., Schaffel, F., Rummeli, M., Bachmati, A.,** (2012). *Graphene: Fundamentals and emergent applications*, Elsevier, Oxford.
- [19] **McCann, E., Koshino, M.,** (2013). The electronic properties of bilayer graphene, *Rep. Prog. Phys.*, 76, 27.
- [20] **Brodie, B.C.,** (1860). Sur le poids atomique du graphite, *Ann. Chim. Phys*, 59, 466-472.
- [21] **Staudenmaier, L.,** (1898). Verfahren zur darstellung der graphitsäure, *European Journal of Inorganic Chemistry*, 31, 1481-1487.
- [22] **Staudenmaier, L.,** (1899). Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure, *Ber. Dtsch. Chem. Ges.*, 32, 2824
- [23] **Colombo, L., Kim, K., Gellert, P.R., Novoselov, K.S., Fal'ko, V.I., Schwab, M.G.,** (2012). A roadmap for graphene, *Nature*, 490, 192–200.
- [24] **Bocanegra-Bernal, M.H., Echeberria, J., Ollo, J., Garcia-Reyes, A., Dominguez-Rios, C., Reyes-Rojas, A., Aguilar-Elguezabal, A.,** (2011). A comparison of the effects of multi-wall and single-wall carbon nanotube additions on the properties of zirconia toughened alumina composites, *Carbon*, 49, 1599-607.
- [25] **Beams, R., Cancado, L.G., Novotny, L.,** (2015). Raman characterization of defects and dopants in graphene, *J. Phys.: Condens. Matter*, 27, 26.
- [26] **Hummers Jr., W. S., Offeman, R. E.,** (1958). Preparation of graphitic oxide, *Journal of the American Chemical Society*, 80, 1339.
- [27] **Stobinski, L., Lesiak, B., Malolepszy, A., Mazurkiewicz, M., Mierzwa, B., J., Zemek, Jiricek, P., Bieloshapka, I.,** (2014). Graphene oxide and reduced graphene oxide studied by the XRD, TEM and electron spectroscopy methods, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 195, 145-154.
- [28] **Le, M.T, Huang, S.C.,** (2015). Thermal and Mechanical Behavior of Hybrid Polymer Nanocomposite Reinforced with Graphene Nanoplatelets, *Materials*, 8, 5526-5536.
- [29] **Ramos-Galicia, L., Mendez, L. N., Martínez-Hernández, A.L., Espindola-Gonzalez, A., Galindo-Esquivel, I. R., Fuentes-Ramirez, R., Velasco-Santos, C.,** (2013). Improved Performance of an Epoxy Matrix as a Result of Combining Graphene Oxide and Reduced Graphene, *International Journal of Polymer Science*, 11, 1-7.
- [30] **Wang, K., Wang, Y., Fan, Z., Yan, J., Wei, T.,** (2011). Preparation of graphenenanosheet/alumina composites by spark plasma sintering, *Mater. Res. Bull.*, 46, 315–318.
- [31] **Liu, J., Yan, H., Jiang, K.,** (2013) Mechanical properties of graphene platelet-reinforced alumina ceramic composites, *Ceram. Int.*, 39, 6215–6221.

- [32] Walker, L.S., Marotto, V.R., Rafiee, M.A., Koratkar, N., Corral, E.L., (2011). Toughening in graphene ceramic composites, *ACS Nano*, 5, 3182–3190.
- [33] Rahman, A., Singh, A., Harimkar, S.P., Singh, R.P., (2013). Spark Plasma Sintering and Characterization of Graphene Reinforced Silicon Carbide Nanocomposites, *Composite Materials and Joining Technologies for Composites*, 7, 139–146.
- [34] Li, Q., Zhang, Y., Gong, H., Sun, H., Li, W., Ma, L., (2016). Enhanced fracture toughness of pressureless-sintered SiC ceramics by addition of graphene, *J.Mater. Sci. Technol.*, 32, 633–638.
- [35] Li, Q., Zhang, Y., Gong, H., Sun, H., Li, T., Guo, X., Ai, S., (2015). Effects of graphene on the thermal conductivity of pressureless-sintered SiC ceramics, *Ceram. Int.*, 41, 13547–13552.
- [36] Sedlák, R., Kovalčíková, A., Múdra, E., Rutkowski, P., Dubiel, A., V., Girman, Bystrický, R., Dusza, J., (2017). Boron carbide/graphene platelet ceramics with improved fracture toughness and electrical conductivity, *Journal of the European Ceramic Society*, 37, 3773–3780.
- [37] Huang, Y., Jiang, D., Zhang, X., Liao, Z., Huang, Z., (2018). Enhancing toughness and strength of SiC ceramics with reduced graphene oxide by HP sintering, *Journal of the European Ceramic Society*, 38, 4329–4337.
- [38] Barfmal, M., Montazeri, A., (2017). MD-based design of SiC/graphene nanocomposites towards better mechanical performance, *Ceramics International*, 43, 17167–17173.
- [39] Bódisa, E., Corab, I., Balázsib, C., Németha, P., Károlya, Z., Kléberta, S., Fazekasa, P., Keszlera, A.M., Szépvölgyi, J., (2017). Spark plasma sintering of graphene reinforced silicon carbide ceramics, *Ceramics International*, 43, 9005–9011.
- [40] Belmonte, M., Nistal, A., Boutbien, P., Román-Manso, B., Osendi, M.I., Miranzo, P., (2016). Toughened and strengthened silicon carbide ceramics by adding graphene-based fillers, *Scripta Materialia*, 113, 127–130.
- [41] Shockey, D.A., Simons, J.W., Curran, D.R., (2010). The Damage Mechanism Route to Better Armor Materials, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, 7, 566–573.
- [42] Medvedovski, E., (2010). Ballistic Performance of Armour Ceramics: Influence of Design and Structure. Part 1, *Ceram. Int.*, 36, 2103–2115.
- [43] Krell, A., Strassburger, E., (2014). Order of Influence on the Ballistic Resistance of Armour Ceramics and Single Crystals, *Mater. Sci. Eng.*, 597, 422–430.
- [44] Kaufmann, C., Cronin, D., Worswick, M., Pageau, G., Beth, A., (2003). Influence of Material Properties on the Ballistic Performance of Ceramics for Personal Body Armour, *J. Shock Vibration*, 10, 51–58.

- [45] **Karandikar, P.G., Evans, Wong, G., S., Aghajanian, M.K.,** (2009). A Review of Ceramics for Armour Application, *Ceramic Engineering and Science, American Ceramics Society*, 29, 163-175.
- [46] **Chung, S.K.,** (1990). Fracture characterization of armor ceramics, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 69, 358-366.
- [47] **LaSalvia, J., Campbell, J., Swab, J., McCauley, J.,** (2010). Beyond Hardness: Ceramics and Ceramic based Composites for Protection, *JOM*, 62, 16-23.
- [48] **Krell, A., Strassburger, E.,** (2013). Separation and hierarchic order of key influences on the ballistic strength of opaque and transparent ceramic armor, *In 27th International Symposium on Ballistics*, Freiburg, Germany, April 22-26.
- [49] **Krell, A., Strassburger, E.,** (2014). Order of influences on the ballistic resistance of armor ceramics and single crystals, *Materials Science and Engineering: A*, 597, 422-430.
- [50] **Holland, C.C., McMeeking, R.M.,** (2015). The influence of mechanical and microstructural properties on the rate-dependent fracture strength of ceramics in uniaxial compression, *International Journal of Impact Engineering*, 81, 34-49.
- [51] **Medvedovski, E.,** (2010). Ballistic performance of armour ceramics: Influence of design and structure, *Part 1. Ceramics International*, 36, 2103-2115.
- [52] **Taya, M., Hayashi, S., Kobayashi, A.S., Yoon, H.S.,** (1990). Toughening of a Particulate-Reinforced Ceramic-Matrix Composite by Thermal Residual Stress, *Journal of the American Ceramic Society*, 73, 1382-1391.
- [53] **Yang, G., Li, L., Lee, W.B., Ng, M.C.,** (2018). Structure of graphene and its disorders: a review, *Science and Technology of Advanced Materials*, 19, (2018), 613–648.
- [54] **Spierings, A.B., Schneider, M.,** (2011). Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts, *Rapid Prototyping Journal*, 17, 380-386.
- [55] **Clinton, D.J., Morrell, R.,** (1987). Hardness testine of Ceramic materials, *Materials Chemistry and Physics*, 17, 461-473.
- [56] **Callister, W.D.,** (2003). *Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc., 5th Ed., 409.
- [57] **Ćurković, L., Bakić, A., Kodvanj, J., Haramina, T.,** (2010). Flexural strength of alumina ceramics: Weibull analysis, *Transactions of FAMENA*, 34, 13-19.
- [58] **Perras, M.A., Diederichs, M.S.,** (2014). A Review of the Tensile Strength of Rock: Concepts and Testing, *Geotechnical and Geological Engineering*, 32, 525-546.
- [59] **Li, D., Won, L. N. Y.,** (2012). The Brazilian Disc Test for Rock Mechanics Applications: Review and New Insights, *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 46, 269-287.

- [60] **Huang, W., Shi, Y., Wang, C., Yu, K., Sun, F., Li, Y.,** (2013). Using spray-dried lactose monohydrate in wet granulation method for a low-dose oral formulation of a paliperidone derivative, *Powder Technology*, 246,379–394.
- [61] **He, P., Gu, H., Wang, G., Yang, S.W., Ding, G.Q., Liu, Z., Xie, X.,** (2017). Kinetically Enhanced Bubble-Exfoliation of Graphite toward High-Yield Preparation of High-Quality Graphene, *Chemistry of Materials*, 29, 8578-8582.
- [62] **Moore, P.,** (2007). *Nondestructive Testing Handbook*, American Society for Nondestructive Testing, 319-321.
- [63] **Hazell, P.J., Appleby-Thomas, G.J., Toone, S.,** (2014). Ballistic compaction of a confined ceramic powder by a non-deforming projectile: experiments and simulations, *Materials & Design*, 56, 1980-2015.
- Url-1 <<https://www.honsin-ceramics.com/products-by-material/silicon-carbide-ceramics-sic/>>, alındığı tarih: 22.08.2020.
- Url-2 <<https://www.ceramicsrefractories.saint-gobain.com/sites/imdf.hpr.com/files/hexoloy-protective-ceramic-materials-bro.pdf>>, alındığı tarih: 01.10.2020.