

Investigation of Thermal and Microstructural Properties of Al-4.5Cu/SiC Composite Produced by Mechanical Alloying Method

 Mustafa OKUMUŞ^{1,*}  Berna BÜLBÜL² 
¹Batman University Faculty of Engineering and Architecture, Department of Metallurgical and Materials Engineering, BATMAN

²Batman University Faculty of Engineering and Architecture, Department of Mechanical Engineering, BATMAN

Graphical/Tabular Abstract

Article Info:

Research article

Received: 15/03/2020

Revision 30/04/2020

Accepted: 08/05/2020

Highlights

- Powder Metallurgy.
- Metal matrix composites.
- Microstructure.

Keywords

Metal matrix composites

Mechanical alloying

Thermal properties

Microstructure

Microhardness

In this study, Al4.5Cu/SiC alloy matrixed composites are produced by mechanical alloying. The effect of the amount of reinforcement and milling time on the thermal and microstructural properties of the composites produced was investigated by differential thermal analysis (DTA), X-ray diffraction (XRD), and scanning electron microscopy (SEM). Also, the microhardness of the pressed and sintered composites was investigated. As a result, the mechanical alloying process led to increased hardness in the microstructure by welding the matrix with homogeneously dispersed reinforcement.

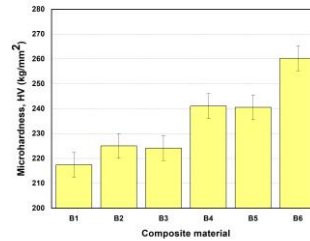


Figure A. Microhardness of Al4.5Cu/SiC composites

Purpose: In this study, it was aimed to design and produce high-quality Al-4.5Cu/SiC alloy-based composite to be used in many sectors, especially in the maritime, automotive, electrical, and aerospace industries, and to examine its properties.

Theory and Methods: Al4.5Cu/SiC alloy matrix composites, in which as reinforcement SiC is mixed into the Al4.5Cu alloy-matrix at a weight ratio of 10-20%, are produced by grinding for 5 and 10 hours with mechanical alloying method. In mechanical alloying processes, the ball-to-powder weight ratio is 10:1, and the rotation speed is set to 350 rpm. The composite samples pressed under 250 MPa were sintered in an argon-controlled atmosphere furnace at 700°C for 1 hour. Hardness measurements were carried out with a Shimadzu microhardness tester using a load of 100 g for 10 seconds. The microstructure properties of the produced powder composites were analyzed using XRD and SEM, and their thermal behavior was analyzed using DTA.

Results: It was observed that while the SiC ratio in the composite was low, solid solutions were formed, and as the SiC ratio increased, agglomerations occurred. Endothermic peaks indicating that Al₂Cu, α-Al and SiC doped Al4.5Cu solid solution phases melted during continuous heating with DTA. As the SiC ratio and grinding time increased, it was observed that the composite had more homogeneous, irregularly shaped or spherical particles, and shrinkage in particle sizes. In addition, as the milling time and SiC ratio increased, it was found that the sample hardness increased due to the decrease in crystallite size and deformation hardening, and the maximum hardness value was approximately 260 HV.

Conclusion: The Al4.5Cu/SiC composites is successfully fabricated by mechanical alloying and sintering. During the production process, no undesirable intermetallic phase occurs in the composites. As the milling time increases, the increase in microhardness indicates an improvement in the mechanical properties of the composites.



Mekanik Alaşım Metodu ile Üretilen Al-4.5Cu/SiC Kompozitin Termal ve Mikroyapısal Özelliklerinin İncelenmesi

Mustafa OKUMUŞ^{1,*} Berna BÜLBÜL²

¹Batman Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, BATMAN

²Batman Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, BATMAN

Öz

Bu çalışmada, farklı oranlarda SiC takviyeli Al4.5Cu alaşım matrisli kompozitler farklı öğütme sürelerinde mekanik alaşım yöntemiyle üretilmiştir. Katkı miktarının ve öğütme süresinin kompozitin termal ve yapısal özellikleri üzerine olan etkisi incelenmiştir. Üretilen kompozitlerin mikroyapı özellikleri X-ışını kırınımı (XRD) ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile, termal davranışları ise diferansiyel termal analiz (DTA) ile araştırılmıştır. Üretilen toz kompozitler preslendikten sonra sinterleme işlemine de maruz bırakılmıştır. Sinterlenen numunelerin yüzey analizleri optik mikroskop ile incelenmiştir ve ayrıca yüzey sertlikleri de ölçülmüştür. XRD ve SEM sonuçları öğütme süresi arttıkça tane boyutunda küçülme ve daha homojen bir yapı oluştuğunu göstermiştir. DTA sonuçlarına göre sürekli ısıtma esnasında 550-650 °C sıcaklık aralığında faz dönüşümünü işaret eden bir dizi endotermik pik gözlenmiştir. Optik mikroskop sonuçlarının SEM analizleri ile uyum içinde olduğu ve ayrıca yüzey sertliğinin katkı miktarı ve öğütme süresi arttıkça arttığı görülmüştür.

Investigation of Thermal and Microstructural Properties of Al-4.5Cu/SiC Composite Produced by Mechanical Alloying Method

Abstract

In this study, different ratios of SiC reinforced Al4.5Cu alloy matrix composites were produced by mechanical alloying method at different grinding times. The effect of reinforcement amount and grinding time on thermal and structural properties of the composite was investigated. The microstructure properties of the composites were investigated by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM), and their thermal behavior was investigated by differential thermal analysis (DTA). The produced powder composites were subjected to sintering process after pressing. Surface analyzes of the sintered samples were examined by optical microscope, and surface hardness was also measured. XRD and SEM results showed that as the grinding time increased, the grain size decreased and a more homogeneous structure was formed. According to DTA results, a series of endothermic peaks indicating phase transformation were observed in the temperature range 550-650°C during continuous heating. The results of the optical microscope were found to be in agreement with the SEM analysis, and also the surface hardness increased as the amount of reinforcement and grinding time increased.

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 15/03/2020
Düzeltilme: 30/04/2020
Kabul: 08/05/2020

Anahtar Kelimeler

Metal matrisli kompozitler
Mekanik alaşım
Termal özellikler
Mikroyapı
Mikrosertlik

Keywords

Metal Matrix Composites
Mechanical Alloying
Thermal Properties
Microstructure
Microhardness

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Üstün mekanik ve tribolojik özellikler [1] gösteren metal matrisli kompozitler (MMK'ler), özellikle yüksek sıcaklıklarda iyi dayanım, iyi yapısal sertlik, boyutsal stabilite ve hafiflik gerektiren uygulamalar için uygun olduklarından tasarımcıların ilgisini çekmeye devam etmektedirler. Yüksek performanslı metal matrisli kompozitler ve alaşımlar elde etmek için bilyalı değirmende öğütme [2, 3], direkt eriyik oksidasyonu [4], sıcak daldırma [5, 6], karıştırma döküm [7] ve infiltrasyon döküm [8] gibi yöntemleri kullanmak mümkündür. MMK çeşitleri arasında yer alan alüminyum esaslı MMK malzemeler, düşük ağırlık ve yüksek performans gibi üstün özelliklere sahip malzemelerdir. Ticari olarak alüminyum esaslı kompozitler, otomotiv, havacılık, uzay ve yapısal uygulamalar gibi birçok sektörde geniş kullanım alanı bulmaktadır. Özellikle sert takviye malzemeleri içeren Al-alaşım matrisli kompozitler, baz alaşımlar üzerindeki fiziksel,

mekanik ve tribolojik özelliklerin mükemmel birleşimi nedeniyle büyük endüstriyel önem kazanmaktadır. Bu tür kompozitler, yüksek aşınma ve korozyon direnci, yüksek sıcaklık dayanımı, yüksek spesifik dayanım ve sertlik, kontrollü termal genleşme katsayısı ve yüksek sönümlenme kapasitesi gösterirler [9]. Bu özelliklerden dolayı Al-alaşım matrisli kompozitler, ağırlık tasarrufunun yanı sıra aşınma, yıpranma ve kırılmaların ana sorun olduğu otomobil ve mühendislik bileşenlerinde kullanılmaktadırlar [10]. MMK malzemelerde kullanılan takviye malzemesinin yapısı oldukça önemlidir. Takviye malzemeler arasında partikül tipi takviyelerin diğer takviye tiplerine göre bazı önemli avantajları vardır. Yapılan çalışmalar [11-14] incelendiğinde, partikül takviyeli malzemelerin üretim prosedürlerinin daha basit ve nispeten daha ucuz olduğu, takviyenin maliyetinin nispeten düşük ve kompozit malzeme için özelliklerinin izotropik olduğu görülmektedir. Ayrıca, bir metal matris içine katılan seramik parçacıkları, kompozitin mekanik ve tribolojik özelliklerini iyileştirmesinin yanında korozyon önleyici davranışını da büyük ölçüde artırabilir [15, 16]. En yaygın partikül takviyesi türleri oksitler (Al_2O_3), karbürler (SiC, TiC, WC) ve borürlerdir (TiB_2) [16-20]. Literatür taraması [17-26] yapıldığında, çoğu makalenin hafif metal matrisli kompozitler üzerine olduğu görülmektedir. Bu çalışmalara göre; alüminyum ve alaşımlarının düşük yoğunlukları, çökme ile sertleştirme yeteneği, iyi korozyon direnci, yüksek ısı ve elektrik iletkenliği ve yüksek sönümlenme kapasitesi nedeniyle parçacık takviyeli MMK'ler için en popüler matris malzemesi olduğu söylenebilir. Genel olarak, araştırmacılar seramik takviyelerin kimyasal yapısının ve matrisin kimyasal bileşiminin mikroyapı üzerindeki etkisini ve bu kompozitlerin özelliklerini araştırmışlardır. Özellikle SiC parçacıkları ile güçlendirilmiş Al-bazlı metal matrisli kompozitler üzerine yapılan bazı çalışmalar [11-14, 16-19, 21, 22, 24-29] dikkat çekmektedir. SiC takviye malzemesinin yüksek sertlik ve iyi aşınma direnci, yüksek dayanım, iyi termal özellikler, yüksek sıcaklıklarda oksidasyon direnci ve çok cazip bir maliyete sahip olduğu bilinmektedir [15, 24].

Literatür araştırmalarına göre, Al-bazlı MMK'ler üzerine oldukça fazla çalışmalar bulunmakta fakat Al-alaşım bazlı MMK'ler üzerine çalışmalar oldukça sınırlıdır. Sanayinin birçok alanında Al-bazlı alaşımlar yaygın olarak kullanılmaktadır. Ancak, gelişen teknolojiye paralel olarak endüstriyel alanda özel uygulamalar için yeni malzeme türlerinin üretilmesine olan ihtiyaç gün geçtikçe artmakta ve yapısal olarak çoğu basit malzeme artan bu gereksinimleri karşılayamamaktadır [30, 31]. Bundan dolayı bu çalışmada denizcilik, otomotiv teknoloji, elektrik ve uzay-uçak endüstrileri başta olmak üzere birçok sektörde kullanılmak üzere üstün özellikli Al-alaşım bazlı kompozit malzemeler tasarlayıp üretmek ve özelliklerini incelemek amaçlanmıştır. Rakiplerine göre üstün özellikler sergileyeceği öngörülen malzeme, ağırlıkça %4,5 Cu içerikli Al alaşımına SiC partikülleri katılarak mekanik alaşımlama (MA) [32] tekniği ile toz halinde üretilmiştir. Üretilen Al4.5Cu/SiC kompozitlerin mikroyapı ve termal özellikleri XRD, SEM ve DTA cihazları ile incelenmiştir. Ayrıca, preslenen numunelerin yüzey özellikleri ve mikrosertlik değerleri de araştırılmıştır.

2. MATERYAL VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

Bu çalışmada, Al4.5Cu alaşım matrisine takviye elemanı olarak SiC ağırlıkça %10, %15 ve %20 oranlarında karıştırılarak Al4.5Cu/SiC alaşım matrisli kompozitleri mekanik alaşımlama tekniği ile 5 ve 10 saat öğütme sonucunda üretilmiştir. Alüminyum (Al), Bakır (Cu) ve SiC tozları ticari olarak temin edilmiştir. Satın alınan tozların bazı özellikleri Tablo 1'de verilmiştir. Toz malzemeler istenilen oranlarda hassas terazide ve argon gazı atmosferinde tartılarak 250 ml'lik paslanmaz çelik havan içerisine bilyelerle birlikte konulmuştur. Toz numuneler XQM-2 marka yüksek enerjili bilyeli değirmen ile mekanik öğütme işlemine maruz bırakılmıştır. Öğütme işlemlerinde bilye-toz oranı 10:1 ve dönüş hızı 350 rpm (devir/dakika) olarak ayarlanmıştır. Numunelerin aşırı ısıya maruz kalmaması için cihaz 20 dakika çalıştırılıp 20 dakika bekletilmiştir. Üretim parametreleri Tablo 2'de verilmiştir. 5 ve 10 saat öğütme ile üretilen kompozit tozlarının bir kısmı tek taraflı hidrolik preste 250 MPa basınçta preslenmiştir. Preslenen numuneler 700 oC de 1 saat süreyle sinterlenmiştir. Numuneler mikroyapı görüntüleri için zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuş, %20 HF-%30 HNO3-%50 saf su çözeltisi ile dağlanarak yüzeylerin optik mikroskopta fotoğrafları çekilmiştir. Ayrıca bu numunelerin sertlik ölçümleri Shimadzu Model mikrosertlik cihazında 10 saniye süresince ve 100 g yük kullanılarak yapılmıştır. Her bir numune için mikrosertlik değeri numune yüzeyinde farklı bölgelerden alınan ölçüm sonuçlarının ortalaması alınarak bulunmuştur.

Tablo 1. Deney çalışmasında kullanılan tozların özellikleri

Malzeme	Ağırlıkça Sıfırlık Derecesi (%)	Toz Boyutu (mesh)	Ergime Sıcaklığı (°C)	Özgöl Ağırlık (g/cm ³)	Atom Kütlesi (g/mol)
Alüminyum	99,8	-325	660.4	2.7	26,98
Bakır	99,9	-325	1085	8.93	63.546
Silisyum karbür	99,5	-325	2730	2.21	40.11

Tablo 2. Üretilen kompozit malzeme ve üretim parametreleri

Numune Kod No	Öğütme Süresi (saat)	Katkı Miktarı (% ağı.)
B1	5	10
B2	10	10
B3	5	15
B4	10	15
B5	5	20
B6	10	20

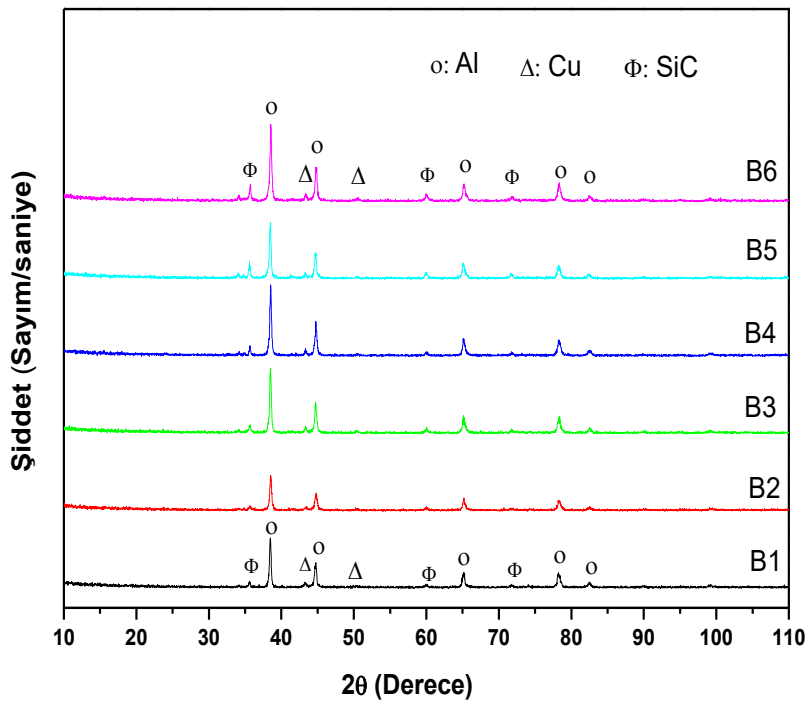
Mekanik alaşımlama metodu ile üretilen Al_{4.5}Cu/SiC kompozit tozlarının faz analizi için XRD çalışmaları, Cu-K_α radyasyonu ($\lambda=0,154056$ nm) kullanan Philips X'Pert PRO model XRD cihazı ile 30mA akımda 40kV gerilimi altında $2\theta = 10-110^\circ$ açı aralığında, $0,02^\circ$ adımda ve $0,05$ ($2\theta/s$) hızında ölçümler alınarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen Al_{4.5}Cu/SiC kompozit numunelerinin ısıl özellikleri, yaklaşık 25-45 mg ağırlığında alınarak platin kap içerisinde 20 °C/min ısıtma oranında, $50-950$ °C sıcaklık aralığında sürekli devam eden azot atmosferi altında SII 6300 EXSTAR Diferansiyel Termal Analiz (DTA) cihazı ile araştırılmıştır. Üretilen Al_{4.5}Cu/SiC kompozit toz numunelerin mikroyapı çalışmaları ise ZEISS/EVO LS10 markalı Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) ile yapılmıştır. Deneysel sonuçların tüm numunelerde her bir koşul için (örneğin B1 koşulu) 3 tekrardan sonra aynı sonuçları içerdiği görülmüştür.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

3.1. XRD çalışmaları (XRD studies)

Mekanik alaşımlama tekniği ile üretilen Al_{4.5}Cu/SiC alaşım matrisli kompozit tozlarının mikroyapılarını araştırmak yani kristallografik özelliklerini ve içerdikleri fazları belirlemek için XRD çalışmaları yapıldı. XRD tarama sonuçları Şekil 1'de verilmiştir. Şekil 1'de görüldüğü gibi mekanik alaşımlanmış Al-alaşım matrisli SiC partikül takviyeli kompozitlerin XRD sonuçlarında; Al, Cu ve SiC fazlarını işaret eden pikler mevcut olup, bunların dışında herhangi bir mikroyapı bileşenine ait intermetalik faz piki tespit edilmemiştir. Bunun nedeni, bu mikroyapı bileşenlerinin yapı içerisindeki hacim oranının düşük olması olabilir. Yapıdaki oranı %5'in altında olan bileşenlerin XRD analiziyle belirlenemediği bilinmektedir [33]. Aynı zamanda üretim aşamasında reaksiyon sıcaklığı ve reaksiyon süresi gibi parametrelerinin dikkatli kontrolü ve tozların mekanik alaşımlama yöntemi ile düzenli olarak karıştırılmasıyla da intermetalik fazlar oluşmamıştır. Burada öğütme süresi arttırılırsa alaşımlama sonucu yeni intermetalik fazların oluşacağı önceki çalışmalardan [34] bilinmektedir. Yeni intermetalik fazların oluşmaması için yüksek öğütme sürelerinde çalışılmamıştır. Mandal ve ark. [35] tarafından yapılan benzer bir çalışmada Al-4Cu alaşımı içerisinde belirli

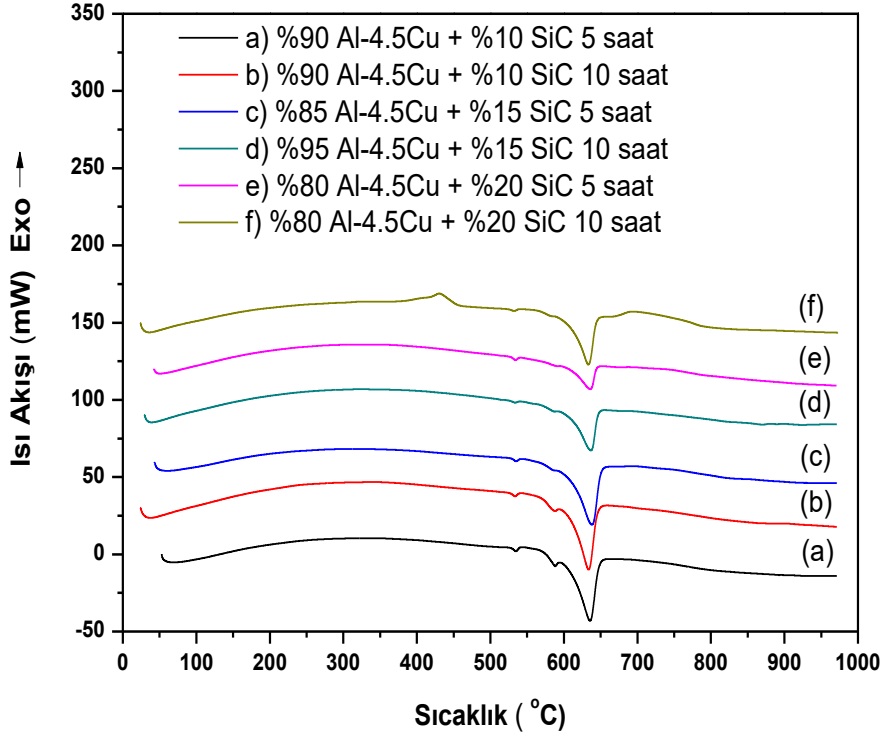
oranlarda TiB_2 partikülleri karıştırılmış ve karışımın XRD sonuçlarında Al_3Ti gibi intermetalik fazlar tespit edilememiştir. Bu çalışmada üretilen numune yapılarında farklı bir intermetalik faz olmaması istenilen kompozit malzemenin doğru olarak üretildiğini göstermektedir. XRD sonuçlarında pik şiddetlerine bakılınca takviye oranı arttıkça SiC pik yükseklikleri de benzer çalışmalarda [35] olduğu gibi artmıştır. Bu sonuç malzeme içerisinde SiC oranının düşük olduğunda $Al_{14.5}Cu$ alaşımı içerisinde katı çözültü oluşturduğunu ve kompozit içerisinde SiC oranı azaldıkça kümelenmelerin oluştuğunu, dolayısıyla tane sınırı boylarının ve kristalit boyutunun arttığını işaret etmektedir. Burada takviye oranı sabit tutulup öğütme süresi arttırılrsa idi kırılma, yassılaşıma ve soğuk kaynaklanma mekanizmalarından dolayı kristalit boyutu benzer çalışmalarda [34, 36] olduğu gibi küçülebilirdi. Kristalit boyutunun öğütme süresi ile değişimi ve bu değişimin kompozitin mekaniksel özelliklerine etkisinin araştırılması farklı bir çalışmanın konusu olabilir.



Şekil 1. $Al_{4.5}Cu/SiC$ kompozit malzemelerin XRD analiz sonuçları

3.2. DTA çalışmaları (DTA studies)

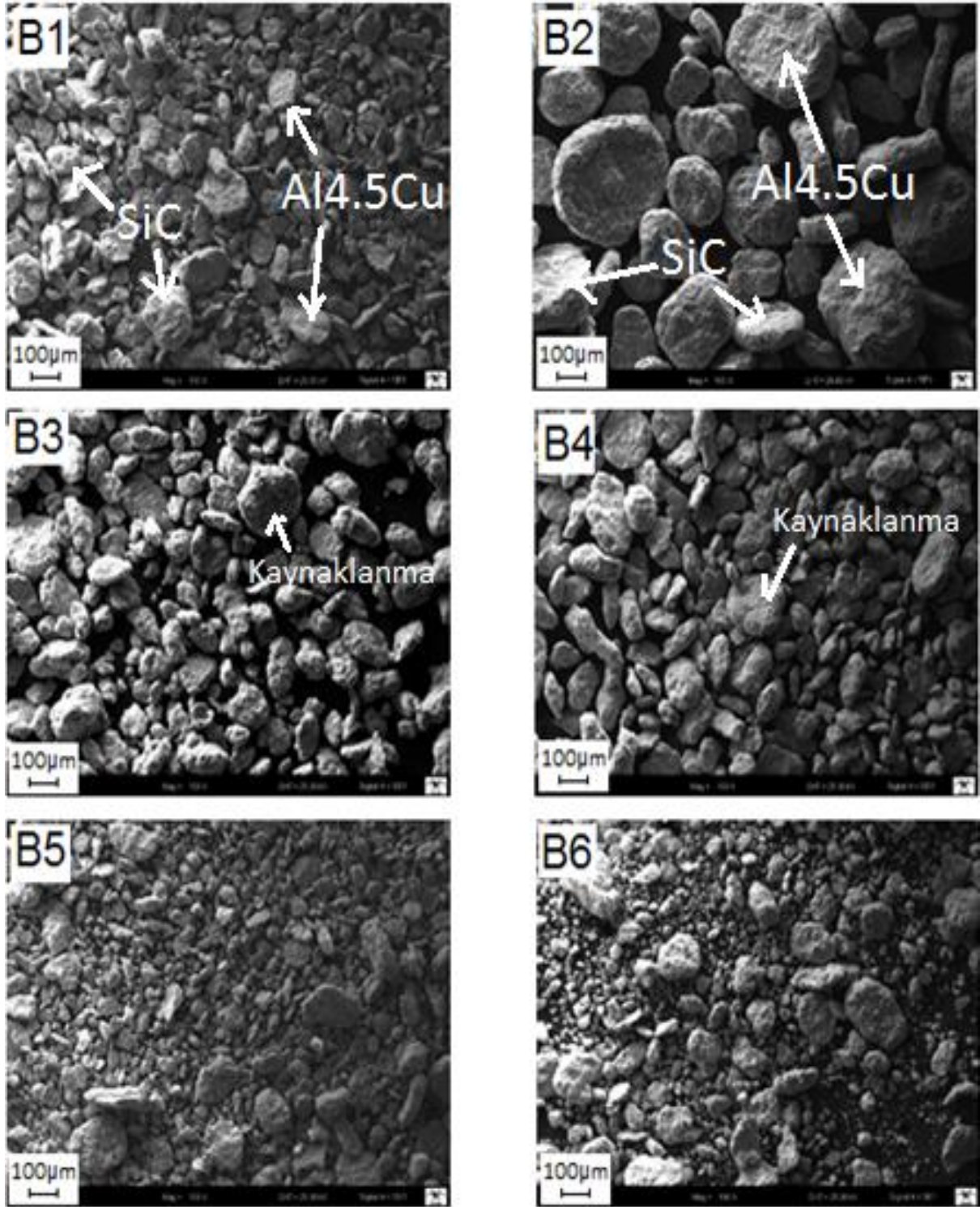
Üretilen kompozit malzemelerin ısısal özelliklerini tespit etmek amacıyla DTA çalışmaları yapılmıştır ve sonuçları Şekil 2’de verilmiştir. Şekil 2 incelendiğinde 500-650 °C sıcaklık aralığında bir dizi endotermik piklerin mevcut olduğu görülmektedir. 547 °C civarında görülen küçük şiddetli pikler $Al_{14.5}Cu$ alaşımı içerisinde çok az miktarda bulunan Al_2Cu [37] intermetalik fazının eridiğini göstermektedir. Burada Al_2Cu fazı malzeme içerisinde çok az miktarda olduğundan XRD analizlerinde tespit edilemediği düşünülmektedir. 550-600 °C sıcaklık aralığında görülen düşük şiddetli pikler tane sınırlarında ve porozite bölgesinde sıkışan fazla $\alpha-Al$ fazının erimeye başladığını göstermektedir. 640 °C sıcaklık civarında görülen endotermik pikler ise malzeme içerisinde SiC fazları bulunan $Al_{14.5}Cu$ katı çözültü fazlarının eridiğini ve sonrasında uniform bir yapı oluştuğunu göstermektedir. Şekil 2’de görüldüğü gibi sadece %20 SiC katkılı kompozitlerde 400-450 °C sıcaklık aralığında bir ekzotermik pik gözlenmiştir. Bu pikin malzeme içerisinde oluşan oksitlenme reaksiyonundan kaynaklanan yarıkararlı nanokristal fazın kristallenmesini işaret ettiği düşünülmektedir. Bu çalışmaya benzer bir çalışma Luangvaranunt ve ark. [38] tarafından $Al-4Cu$ alaşımına hacimce %15 Silika katkılandırma ile üretilen kompozit üzerine yapılmış ve sonuçlarının bu çalışma ile uyumlu olduğu görülmüştür.



Şekil 2. Al4.5Cu/SiC kompozit malzemelerin DTA analiz sonuçları

3.3. SEM çalışmaları (SEM studies)

Mekanik alaşımlama ile üretilen Al4.5Cu/SiC kompozit tozlarının mikroyapılarındaki morfolojik değişimleri incelemek için SEM çalışmaları yapılmıştır. Kompozit tozlarının SEM görüntüleri Şekil 3'te verilmiştir. Şekil 3 incelendiğinde, kompozit içerisindeki fazların düzensiz şekilli olduğu, mekanik alaşımlamanın etkisiyle faz tanelerin farklı şekil ve boyutlara sahip olduğu açıkça görülmektedir. Bazı bölgelerde ise birbirine kaynaklanmış tozlardan oluşan iri partiküller bulunmaktadır. Bu tozlar mekanik alaşımlama sırasında çarpışan bilyelerin arasında defalarca kaldığından yüksek enerji kazanmış ve soğuk kaynaklanmalar sonucu yaklaşık küresel bir yapı oluşturmuşlardır. Bir malzeme içerisinde metalik veya intermetalik fazların oluşumu, partikül boyutu ve faz miktarı MA süresine, takviye miktarına (% ağırlık), sinter sıcaklığı ve sinter süresine bağlıdır. B1-B3-B5 ile B2-B4-B6 görüntülerinde MA süresi, sinter sıcaklığı ve sinter süresi sabit tutulup takviye oranı değiştirilmiştir. Takviye oranı artışının tane boyutunu düşürdüğü görülmüştür. B1-B2 görüntülerine göre mekanik alaşımlama süresinin artması ile partikül boyutunun arttığı görülmektedir. Burada SiC oranının düşük olmasından dolayı SiC katkılı Al4.5Cu katı çözelti fazı oluşmuştur. B3-B4 ve B5-B6 görüntülerinde ise mekanik alaşımlama süresi arttıkça partikül boyutlarında bir azalma söz konusudur. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile partiküller yavaş yavaş homojen ve daha yumuşak kenarlı küresel yapıya ulaşmaya başlamıştır. Bunun yanında yapıda aglomerasyonlar sonucu oluşmuş büyük boyutlu partiküller de görülmektedir. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça partiküllerin morfolojisi değişmiş ve pekiştirici faz ile ana fazın birbirine karışması ve homojen yapının elde edilmesi sağlanmıştır. Ayrıca matris fazı ile pekiştirici faz arasında homojen ve boşluksuz olarak kaynaklanmış fazların oluştuğu da görülmektedir.

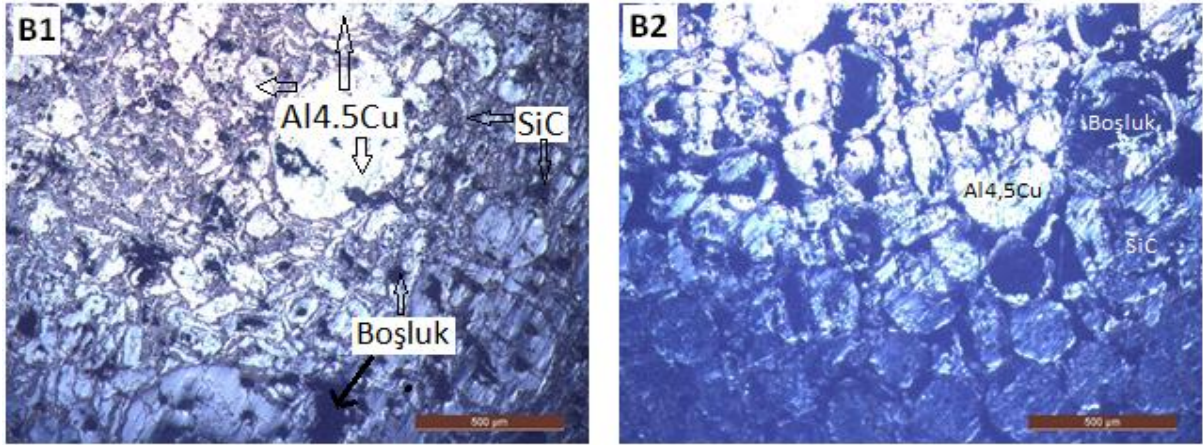


Şekil 3. Al_{4.5}Cu/SiC kompozit toz malzemelerin SEM fotoğraflar

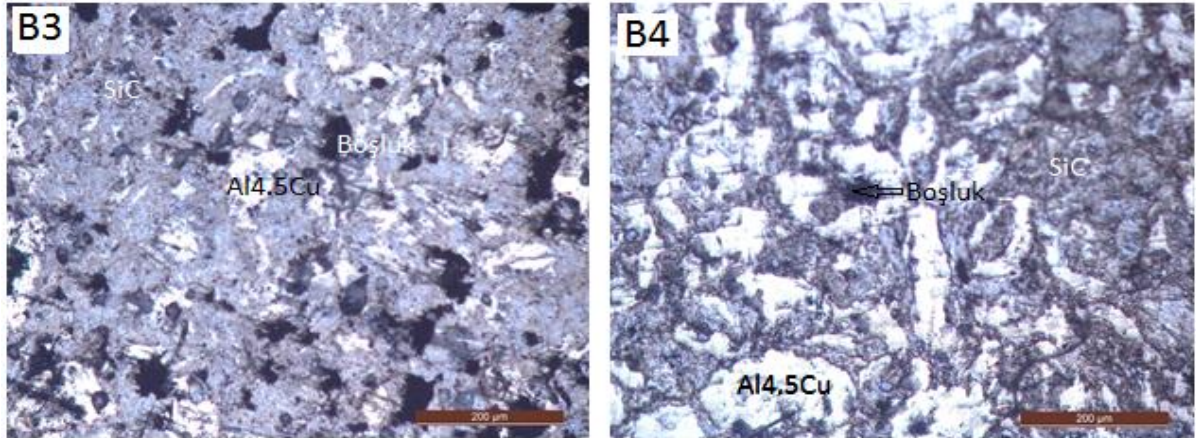
3.4. Optik mikroskop çalışmaları (Optical microscopy studies)

Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen Al_{4.5}Cu/SiC kompozit tozlarının preslenmesi ve sinterlenmesi sonucu oluşturulan katı numunelerin yüzey özellikleri optik mikroskop ile incelenmiştir. Numunelerin yüzeyleri parlatma ve dağlama işlemine tabi tutulduktan sonra yüzey görüntüleri alınmıştır. Şekil 4-6'da üretilen kompozit numunelerin yüzey görüntüleri verilmiştir. Optik mikroskop görüntülerinde kompozit içerisinde takviye malzemesi olan SiC gri, matris malzemesi Al_{4.5}Cu beyaz ve boşluklar (porozite) siyah renkte görülmektedir. Mikroyapı görüntüleri incelendiğinde, öğütme süresi 5 saat olan numunelerde

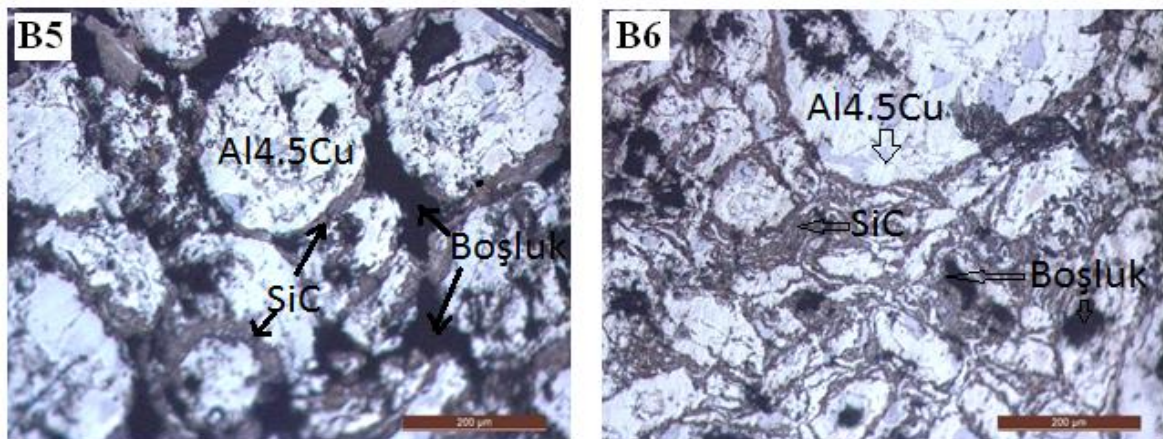
tamamen homojen bir yapı oluşmamıştır. Matris malzemesi içerisinde SiC partiküllerinin homojen bir şekilde dağılmamasından dolayı poroziteler ve tane sınırlarındaki boşluk kusurları oluşmuştur. Bu sonuçlar bu numuneler için kusursuz bir yapı oluşması için presleme basıncı ve öğütme süresinin artırılması gerektiğini göstermektedir. Öğütme süresi 10 saate çıkarılan kompozisyonlarda SiC partiküllerinin daha homojen bir dağılım gösterdiği, porozite sayısında düşüş gerçekleştiği ve alaşım içerisine iyice gömülen SiC katkı Al_{4.5}Cu partiküllerinin tane boyutlarında büyümelerin olduğu açıkça görülmektedir. Artan takviye oranı ile tane sınırlarının boşluk hacminde ve porozite sayısında artış meydana geldiği gözlemlenmiştir.



Şekil 4. Al_{4.5}Cu - %10 SiC numunelerinin optik mikroskop görüntüleri: (B1) - 5 saat, (B2) – 10 saat

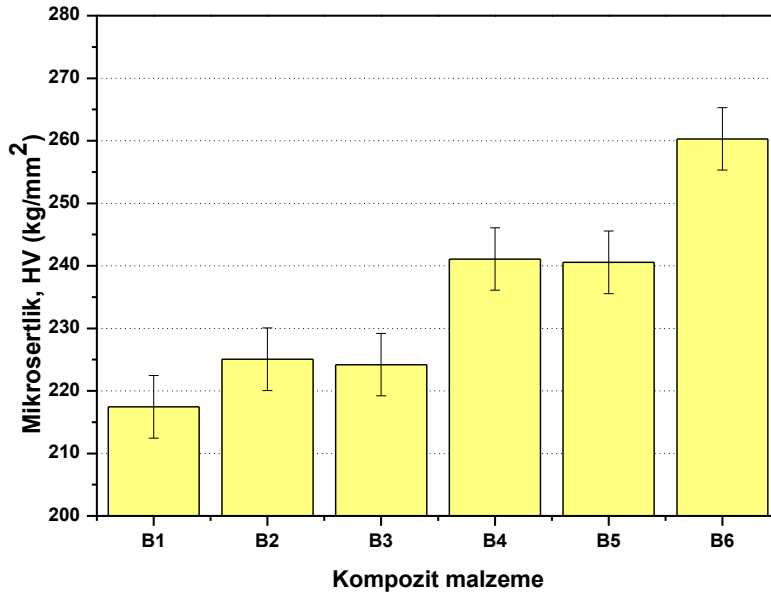


Şekil 5. Al_{4.5}Cu - %15 SiC numunelerinin optik mikroskop görüntüleri: (B3) - 5 saat, (B4) – 10 saat



Şekil 6. Al_{4.5}Cu - %20 SiC numunelerinin optik mikroskop görüntüleri: (B5) - 5 saat, (B6) – 10 saat

3.5. Sertlik çalışmaları (Hardness studies)



Şekil 7. Al4.5Cu/SiC kompozitlerinin sertlikleri

Sinterlenen numunelerin yüzeylerinin farklı bölgelerinden ölçülen mikrosertliklerin ortalama değerleri Şekil 7’de verilmiştir. Numunelerdeki takviye miktarı değişimi dikkate alındığında, takviye miktarı %10’dan %20’ye çıktıkça kompozit numunelerinin mikrosertlik değerlerinde artış meydana gelmiştir. Öğütme sürelerinin mikrosertlik değerleri üzerindeki etkileri karşılaştırıldığında ise öğütme süresi 5 saatten 10 saate çıkınca mikro sertlik değerleri de artmıştır. Bu durumun sebebinin SiC katkı malzemesi sertliğinin yüksek değerlerde olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Aynı zamanda SiC parçacıkları baz matristen daha sert olduğu için, dislokasyonların önünde bariyer görevi görmektedir. Türker ve ark. [39] 1300 devir/dakika’da açık atmosferli ve su soğutmalı olarak 0.5, 1, 2.5, 5 ve 10 saat için yapmış oldukları mekanik alaşımlama işleminde alaşımlama süresinin artmasıyla toz boyutlarının küçüldüğünü ve sertlik değerlerinin arttığını saptayarak benzer bir sonuç bulmuşlardır. Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin mikrosertlik değerleri incelendiğinde, tane sınırlarında ve porozite yakınlarında tanelerin sıcaklık etkisiyle birbirlerine yaklaşmaları veya kaynaşmaları sonucunda sertlik değerleri de artmıştır. Yine yapılan benzer bir çalışmada [40] Al-4.5Cu alaşımının sertliği yaklaşık 90 HB (Brinell Hardness), yaklaşık 95 HV, olarak ölçülürken, %6 SiC katkılı Al-4.5Cu alaşımının sertliği yaklaşık 120 HB olarak ölçülmüştür. Bu çalışmada ise %10, %15 ve %20 SiC katkılı 10 saat öğütülmüş Al-4.5Cu alaşımların sertlikleri Şekil 7’de de görüldüğü gibi sırasıyla 225±5, 241±5 ve 260±5 HV olarak ölçülmüştür. Sonuç olarak, bu çalışma literatür [40-48] çalışmalarıyla uyum içindedir ve ayrıca yapılan çalışmalarla karşılaştırıldığında mekanik alaşımlama tekniği ile üretilen Al-4.5Cu/SiC kompozitin partikül boyutlarında küçülme ve sertlik artışı nedeniyle mekaniksel özelliklerinde iyileşme olduğu açıkça görülmüştür. Böylece sanayinin ihtiyacı olan üstün özellikli malzemeler mekaniksel alaşımlama tekniği kullanarak alaşım bazlı partikül takviyeli MMK’ler üretilme ile temin edilebilir.

4. SONUÇ (CONCLUSION)

Bu çalışmada, Al-4.5Cu alaşımına ağırlıkça %10, %15 ve %20 SiC katkılanması yapılarak mekanik alaşımlama yöntemi ile 5-10 saat için öğütme süresi sonucunda toz olarak üretilmiştir. Üretilen kompozit tozlarının termal, mikroyapısal ve mekaniksel özellikleri katkılanma oranı ve öğütme süresi parametreleri dikkate alınarak XRD, DTA, SEM, optik mikroskobu ve yüzey sertliği çalışmaları ile karakterize edilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda sıralanmıştır;

- ✓ Mekanik alaşımlama sırasında kompozit içerisinde istenmeyen bir intermetalik faz oluşmamıştır.

- ✓ Kompozit içerisinde SiC oranının düşük olması durumunda Al4.5Cu alaşımı içerisinde katı çözeltili olduğu ve SiC oranı arttıkça aglomerasyonlar sonucu kümelenmelerin olduğu görülmüştür.
- ✓ DTA ile sürekli ısıtma esnasında 500-650 °C sıcaklık aralığında Al₂Cu, α-Al ve SiC katkılı Al4.5Cu katı çözeltili fazlarının eridiğini gösteren bir dizi endotermik pik gözlenmiştir.
- ✓ SEM görüntülerine göre SiC katkı oranı ve öğütme süresi arttıkça daha homojen, düzensiz şekilli veya küresel partiküller, ve partikül boyutlarında küçülmelerin olduğu görülmüştür.
- ✓ Preslenen numunelerde öğütme süresi arttıkça porozite sayısının azaldığı fakat artan takviye oranı ile tane sınırlarının boşluk hacminde artış meydana geldiği gözlemlenmiştir.

Öğütme süresi ve SiC katkı oranı arttıkça kristalit boyutundaki azalma ve deformasyon sertleşmesi nedenleriyle numune sertliklerinin arttığı tespit edilmiştir. Maksimum sertlik yaklaşık 260 HV ile %20 SiC katkılı Al4.5Cu/SiC kompozit malzemenin 10 saat öğütülmesi sonucunda ölçülmüştür.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Batman Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyonuna BTÜBAP-2019-YL-11 nolu proje ile çalışmamıza sağladığı finansal destek için teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Ahmad Z., Khan S. A review paper on tribological and mechanical properties of Aluminium metal matrix composites manufactured by different route. *International Journal of Current Engineering and Scientific Research*, 1:4(1-8), (2014).
- [2] Arakawa S., Hatayama T., Matsugi K., and Yanagisawa O. Effect of heterogeneous precipitation on age-hardening of Al₂O₃ particle dispersion Al-4mass%Cu composite produced by mechanical alloying. *Scripta Materialia*, 42(755-760), (2000).
- [3] Durai T. G., Karabi Das and Siddhartha D. Al (Zn)-4Cu/Al₂O₃ in-situ metal matrix composite synthesized by displacement reactions. *Journal of Alloys and Compounds*, 457(435-439), (2008).
- [4] Murthy V. S. R., and Rao B. S. Microstructural development in the directed melt-oxidized (DIMOX) Al-Mg-Si alloys. *Journal of Materials Science*, 30(3091-3097), (1995).
- [5] Breslin M. C., Ringnalda J., Xu L., Fuller M., Seeger J., Daehn G. S., Otani T. and Fraser H. L. Processing, microstructure, and properties of co-continuous alumina-aluminum composites. *Materials Science and Engineering A*, 195(113-119), (1995).
- [6] Liu W. and Köster U. Decomposition of the icosahedral phase in AlCuFe alloys. *Materials Science and Engineering A*, 133(C)(388-392), (1991).
- [7] Abd El-Azim A. N., Kassem M. A., El-Baradie Z. M. and Waly M. Structure and properties of short alumina fibre reinforced AlSi18CuNi produced by stir casting. *Materials Letters*, 56(963-969), (2002).
- [8] Badini C., Fino P., Musso M. and Dinardo P. Thermal fatigue behaviour of a 2014/Al₂O₃-SiO₂ (Saffil® fibers) composite processed by squeeze casting. *Materials Chemistry and Physics*, 64(247-255), (2000).
- [9] Wei-chen Zhai, Zhao-hui Zhang, Fu-chi Wang, Xiang-bo Shen, Shukui Lee, and Lu Wang. Effect of Si content on microstructure and properties of Si/Al composites. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24(982-988), (2014).
- [10] Ribes H., Suery M., Esperance G. L., and Legoux J.G. Microscopic examination of the interface region in 6061-Al/SiC composites reinforced with asreceived and oxidized SiC particles. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 21(2489-2496), (1999).

- [11] Kumar G., Rao C., Selvaraj N., Mechanical and Tribological Behavior of Particulate Reinforced Aluminum Metal Matrix Composites – a review. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 10(1) (59–91), (2011).
- [12] Baisane V. P., Sable Y.S., Dhobe M. M., Sonawane P.M. Recent development and challenges in processing of ceramics reinforced Al matrix composite through stir casting process: A Review. *International Journal of Engineering and Applied Sciences*, 2(10) (11-16), (2015).
- [13] Sur G., Şahin Y., Gökkaya H., Production of aluminum based particulate reinforced composites using molten metal mixing and squeeze casting methods. *J. Fac. Eng. Arch. Gazi Univ.* 20 (2) (233-238), (2005).
- [14] Kim S. W., Lee U. J., Han S. W., Kim D. K., K. Ogi, Heat treatment and wear characteristics of Al/SiCp composites fabricated by duplex process. *Composites: Part B* 34 (2003) 737–745.
- [15] Carvalho O., Madeira S., Buciumeanu M., Soares D., Silva F.S., Miranda G. Pressure and sintering temperature influence on the interface reaction of SiCp /410L stainless steel composites. *Journal of Composite Materials*, 50(15) (2005-2015), (2016).
- [16] Saravanan C., Subramanian K., Ananda V., Sankara R. Effect of Particulate Reinforced Aluminium Metal Matrix Composite – A Review. *Mechanics and Mechanical Engineering*, 19(1) (23-30), (2015).
- [17] Venkatesh B., Harish B. Mechanical properties of metal matrix composites (Al/SiCp) particles produced by powder metallurgy. *International Journal of Engineering Research and General Science*, 3(1) (1277-1284), (2015).
- [18] Leszczyńska-Madej B. The effect of sintering temperature on microstructure and properties of Al – SiC composites. *Archives of Metallurgy and Materials*, 58(1) (43–48), (2013).
- [19] Suryanarayanan K., Praveen R., Raghuraman S. Silicon Carbide Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites for Aerospace Applications: A Literature Review. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, 2(11) (6336–6344), (2013).
- [20] Yodkaew T., Morakotjinda M., Tosangthum N., Coovattanachai O., Krataitong R., Siriphol P., Vetayanugul B., Chakthin S., Poolthong N., Tongsrri R. Sintered Fe-Al₂ O₃ and Fe-SiC Composites. *Journal of Metals, Materials and Minerals*, 18(1) (57–61), (2008).
- [21] Abhik R., Xaviora M. Evaluation of Properties for Al-SiC Reinforced Metal Matrix Composite for Brake Pads. *Procedia Engineering*, 97(941–950), (2014).
- [22] Zakaria H.M. Microstructural and corrosion behavior of Al/SiC metal matrix composites. *Ain Shams Engineering Journal*, 5(3) (831–838), (2014).
- [23] Akhtar F. Ceramic reinforced high modulus steel composites: processing, microstructure and properties., *Canadian Metallurgical Quarterly*, 53(3) (253–263), (2014).
- [24] Singla M., Dwivedi D., Singh L., Chawla V. Development of Aluminium Based Silicon Carbide Particulate Metal Matrix Composite. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 8(6) (455–467), (2009).
- [25] Nuruzzaman D., Kamaruzaman F. Processing and mechanical properties of aluminiumsilicon carbide metal matrix composites. *Materials Science and Engineering*, 114(11-17), (2016).
- [26] Aksöz S., Bostan B. AA2014/B₄C MMK yapının döküm ve döküm sonrası sinterleme işlemleri ile üretiminin aşınma davranışlarına etkileri. *Journal of Boron*, 3(2) (132-137), (2018).

- [27] Çelik Y.H., Kilickap E. Hardness and Wear Behaviours of Al Matrix Composites and Hybrid Composites Reinforced with B₄C and SiC. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 57 (9-10) (613-622), (2019).
- [28] Ozben T., Kilickap E., Cakir O. Investigation of mechanical and machinability properties of SiC particle reinforced Al-MMC. *Journal of Materials Processing Technology*, 198(220-225), (2008).
- [29] Kilickap E., Cakir O., Aksoy M., Inan A. Study of tool wear and surface roughness in machining of homogenised SiC-p reinforced aluminium metal matrix composite. *Journal of Materials Processing Technology*, 164-165(862-867), (2005).
- [30] Song G.M., Zhou Y. and Wang Y. J. Effect of carbide articles on the ablation properties of tungsten composites. *Materials Characterization*, 50(293-303), (2003).
- [31] Tang H. G., Ma X. F., Zhao W., Yan J. M. and Zhu C. J. Crystallization of mechanically alloyed amorphous W-Mg alloy under high pressure. *Solid State Communications*, 129(147-150), (2004).
- [32] Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46(1-184), (2001).
- [33] Nakazato R.Z, Codaro E.N., Horovistiz A.L and Hein L.R.O. A metallurgical study of aluminum alloys used as aircraft components. *Praktische Metallographie-Practical Metallography*, 38(2) (74-87), (2001).
- [34] Okumuş M., Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen nanoyapılı Al₆₆Co₂₀Cu₁₄ tozlarının termal ve mikroyapısal özellikleri. *BEÜ Fen Bilimleri Dergisi*, 9 (1) (366-375), (2020).
- [35] Mandal A., Maiti R., Chakraborty M., Murty B.S. Effect of TiB₂ particles on aging response of Al-4Cu alloy. *Materials Science and Engineering A*, 386(296-300), (2004).
- [36] Avar B., Şimşek T., Gögebakan M. Mekanik Alaşımlama ile Üretilen Nanokristal Fe₆₀Al₃₀Cu₁₀ (at.%) Tozların Yapısal ve Mekanik Özellikleri. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 7 (1) (184-191), (2019).
- [37] Reiso O., Øverlie H.G., Ryum N. Dissolution and melting of secondary Al₂Cu phase particles in an AlCu alloy. *Metallurgical Transactions A*, 21(6) (1689-1695), (1990).
- [38] Luangvaranunt T., Dhadsanadhep C., Umeda J., Nisaratanaporn E., Kondoh K. Aluminum-4 mass% Copper/Alumina Composites Produced from Aluminum Copper and Rice Husk Ash Silica Powders by Powder Forging. *Materials Transactions*, 51(4) (756-761), (2010).
- [39] Türker M., Özdemir A. T., Ögel B. ve Yavuz A. Alüminyum-SiC Tozlarının Mekanik Alaşımlama Değirmeninde Öğütme Zamanının Kompozit Toz Yapısına Etkisinin Araştırılması. *Uluslararası Katılımlı 2. Ulusal Toz Metalürjisi Konferansı*, Ankara, (425-431), (1999).
- [40] Chandrasekhar G. L., Vijayakumar Y., Nagaral M. Investigations on Mechanical Properties of Al-4.5% Cu-SiC and Al-4.5%Cu-Graphite Composites. *European Journal of Engineering Research and Science*, 1(1) (30-33), (2016).
- [41] Debnath S., Swami V., Rai R. N. Microstructures and Mechanical Properties Studies of the Directional Solidified Developed Ex-Situ Al-4.5% Cu-SiC_p Metal-Matrix Composites. *Journal of Engineering and Applied Sciences*, 13(3) (3273-3277), (2018).
- [42] Waşık A., Madej B. L., Madej M. The influence of SiC particle size on mechanical properties of aluminium matrix composites. *Metallurgy and Foundry Engineering* 43(1) (41-49), (2017).
- [43] Qiu F., Gao X., Tang J., Gao Y.-Y., Shu S.-L., Han X., Li Q., Jiang Q.-C. Microstructures and Tensile Properties of Al-Cu Matrix Composites Reinforced with Nano-Sized SiC_p Fabricated by Semisolid Stirring Process., *Metals*, 7(2): 49, (2017).

- [44] Penchal Reddy M., Shakoor R.A., Gururaj Parande, Vyasraj Manakari, Ubaid F., Mohamed A.M.A., Manoj Gupta. Enhanced performance of nano-sized SiC reinforced Al metal matrix nanocomposites synthesized through microwave sintering and hot extrusion techniques. *Progress in Natural Science: Materials International*, 27(5) (606-614), (2017).
- [45] Izadi H., Nolting A., Munro C., Bishop D.P., Plucknett K.P., Gerlich A.P. Friction stir processing of Al/SiC composites fabricated by powder metallurgy. *Journal of Materials Processing Technology*, 213(11) (1900-1907), (2013).
- [46] Anggara B.S., Handoko E., Soegijono B. Mechanical Properties of Al-Cu Alloy-SiC Composites. *AIP Conference Proceedings*, 1617(109-111) (2014).
- [47] Arık H. Al-Si₃N₄ Toz Metal Kompozit Malzeme Üretimi ve Aşınma Davranışının Araştırılması. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 7 (4) (776-787), (2019).
- [48] Aksöz S., Ada H., İnce E., Özsoy S., Kaplan Y. T/M Yöntemi ile Üretilen Al Alaşımlarında Zn, Cu ve Mg Elementlerinin, Yaşlanma, Mikroyapı ve Sertliğe Etkileri. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 8(1) (150-159), (2020).