

## Al-SiC TOZLARININ PREP ATOMİZASYONU İLE ÜRETİMİ

Şadi KARAGÖZ, Rıdvan YAMANOĞLU, S. Ahmet ATAY

*Kocaeli Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kocaeli*

---

### ÖZET

Bu çalışmada, son yıllarda önem kazanan bir malzeme haline gelmiş SiC içerikli metal matriks kompozitler ile çalışılmış ve yaklaşık nanoboyutlu SiC katkısı ile Al-matriksli uygun bir toz metalurjik malzeme üretilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla yaklaşık 1 µm boyutunda SiC tozu kullanılmış ve matriks malzemesi olarak AlCu4Mg1 alaşımı seçilmiştir. Kullanılan alaşım pota içinde ergitildikten sonra batırma yoluyla ergiyiğe katılan SiC toz yığını mekanik karıştırma yöntemiyle homojen bir şekilde dağıtılmış ve nihai ergiyik silindirik kalıba dökülmüştür. Katılaştıran malzeme yaklaşık 430 °C'de ekstrüze edilmiş ve 55 mm çaplı çubuk halinde üretilmiştir.

Yaklaşık kütle-% 4 SiC ihtiva eden AlCu4Mg1 alaşımı çubuktan Kocaeli Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde bulunan Plazma Destekli Dönel Elektrot Yöntemi (Plasma Assisted Rotation Electrode Process; PREP) ile toz üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen küresel tozların boyut dağılımları belirlendikten sonra mikroyapısal karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Toz Metalurjisi, Atomizasyon, PREP, Al-SiC Tozu.

### *PRODUCTION OF Al-SiC POWDERS BY PREP ATOMIZATION*

### ABSTRACT

In this study, SiC reinforced metal matrix composite which became an important material in recent years was studied and a proper nanosized SiC added Al-matrix powder metallurgical material was produced. For this aim, about 1 µm SiC powders are used and AlCu4Mg1 was selected as matrix material. After melting of the alloy in crucible, SiC powder agglomerate is homogeneously dispersed by mechanical mixture in the melt and the final melt was cast in a cylindrical mold. Solidified material was then extruded at a temperature around 430 °C as a bar with 55 mm radius.

Powder production from AlCu4Mg1 based bar which includes w/o 4 SiC was performed by using PREP (Plasma Assisted Rotation Electrode Process) at Kocaeli University, Department of Metallurgical & Materials Engineering. Microstructural characterization was realized after determining size distribution of spherically produced powders.

**Keywords :** Powder Metallurgy, Atomization, PREP, Al-SiC Powder.

---

## 1. GİRİŞ

Günümüzde özellikle otomotiv, uzay, denizcilik, demiryolu taşımacılığı ve spor malzemeleri gibi endüstriyel sanayi alanlarının bir çoğunda, kompozit malzemelerin geleneksel malzemelerin yerine kullanılmaları tercih edilmektedir [1-5]. Özellikle otomotivde malzemenin mukavemetinden ödün verilmeden ağırlığının düşürülmesi enerji maliyetlerinin azaltılması açısından çok önemli bir faktördür [6]. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> veya SiC partikülleri ile takviye edilmiş Al, Ti, ve Ni alaşımları gibi metal matriksli

kompozitler (MMK) yüksek spesifik rijitlik, yüksek akma mukavemeti, sürünme direnci ile iyi oksidasyon ve korozyon direncine sahip yüksek potansiyelli malzemelerdir.

Aluminyum alaşımları hafiflikleri, yüksek korozyon dirençleri ve mekanik özelliklerinden dolayı matriks malzemesi olarak tercih edilmektedirler. Matriks ve takviye malzemesi arasındaki arayüzeyin doğası kompozitin özelliklerinin tanımlanmasında önemli bir rol oynar [7]. Dolayısıyla SiC partikülleri ve aluminyum matriks arasındaki fiziksel ve kimyasal uyum SiC/Al kompozitlerin hazırlanmasında oldukça etkilidir [8,9]. Si, Mg, Nb, Ti ve Cu gibi elementler SiC ile Al arasında sadece bağlantıyı geliştirmeyip aynı zamanda matriks mukavemetini de artırırlar. Partikül bazlı MMK üretimi için genel olarak 4 farklı metot bulunmaktadır [10].

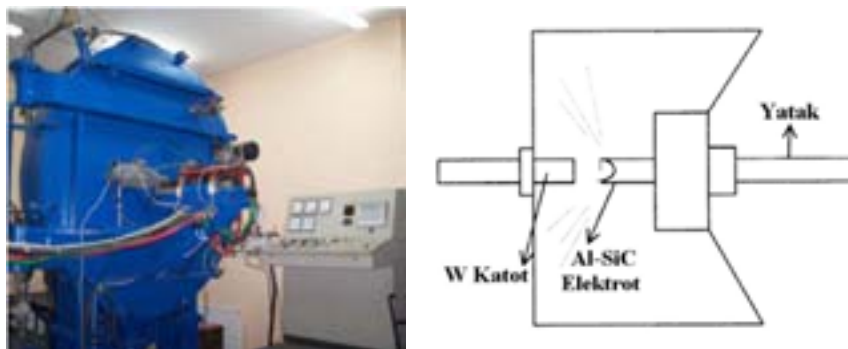
1. Döküm
2. Tiksoforming
3. Sprey Depozisyon
4. Toz Metalurjisi

Aluminyum matriksli kompozitlerin proses maliyetleri ve işleme zorlukları özel parçalar için kullanım alanını kısıtlamaktadır [11]. Geleneksel döküm metodlarıyla aluminyum MMK üretilmesinin teknik zorluklarından bazıları üniform olmayan mikroyapı ve partikül kümelenmesidir [12]. Al-Cu-Mg alaşımları yüksek elastik modül, iyi korozyon direnci ve yüksek sıcaklık özellikleri gibi üstün performansa sahiptirler. Bu alaşım grubu yaygın olarak pervane ve piston gibi yapısal parçaların kullanıldığı uzay ve havacılık uygulamalarında tercih edilirler [13].

Bu çalışmada yaklaşık 1 µm boyutunda yaklaşık kütle-% 4 SiC içeren ve matriks malzemesi olarak AlCu4Mg1 kullanılan alaşım Plazma Destekli Dönel Elektrot Yöntemi ile atomize edilmiş ve üretim karakteristikleri belirlenerek mikroyapısal karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir.

## 2. YÖNTEM

Bölüm laboratuvarlarımızda bulunan plazma destekli dönel elektrot yönteminin ana prensibi; inert bir atmosfer altında (azot/argon) tüketilebilir metal çubuğun (anot) alın yüzeyinden itibaren tungsten katot kullanılarak elektrik arkı ile ergitilmesidir. Santrifuj kuvvetle saçılan ergiyik damlacıkları atomizasyon haznesinin çeperlerine ulaşmadan yüzey gerilimlerinin etkisi ile tamamen küresel bir şekilde katılaşırlar [14,15]. Şekil 1’de PREP cihazı görülmektedir.



Şekil 1. Plazma destekli dönel elektrot teçizatı görüntüsü ve şematik çizimi.

Silindirik elektrot yatay düzlemde ve doğru akım devresinde anot olacak şekilde haznenin içine karşıt elektrotun, yani katotun nötr eksenine merkezlenerek yerleştirilir (Şekil 2). Karşıt elektrot olan tungsten çubuk ise yeterli soğutmanın sağlandığı plazma ark torcudur. Tungsten ucunun çevresindeki memeden ark desteği sağlamak amacıyla atomizasyon süresince hazneye plazma gazı verilmektedir. Toz üretiminde tüm hazne yaklaşık  $10^{-3}$  mbar seviyesinde vakuma alınmakta ve daha sonra hazneye işlem sürecinde yaklaşık 1.15 bar basınçla koruyucu gaz (bu çalışmada argon gazı kullanılmıştır)

verilmektedir. Böylece tozun oksidasyon seviyesi çok düşük değerlerde (ortalama 100 ppm) tutulabilmektedir. Kullanılan argon gazı sayesinde hem tozların yüksek soğuma karakteristiği kontrol edilmiş olacak, hem de zenginleştirilmiş ısı transferi etkisi sağlanacaktır. Ergime anındaki ark gücü yaklaşık olarak 13 kW (200-300 amper ve 40-45 volt) dir [16,17].



Şekil 2. Atomizasyon sırasında katotun anoda merkezlenmesi.

### 3. DENEYSEL ÇALIŞMA

DeneySEL çalışmada kullanılmak üzere matriks malzemesi olarak Etial-24 (DIN AlCu4Mg1) normunda Al-Cu alaşımı kullanılmıştır. Cu'nun SiC partiküllerini ıslatma kabiliyetinin yüksek olması nedeniyle bu alaşım seçilmiştir. Kullanılan matriks alaşımının kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge1. Bu çalışmada kullanılan matriks alaşımının kimyasal bileşimi.

Etial-24	% Si	% Fe	% Cu	% Mn	% Mg	% Cr	% Zn	% Ti
	0,50	0,50	3,8 – 4,9	0,3 -0,9	1,2 – 1,8	0,10	0,25	0,15

Kompozit malzeme üretimi için takviye malzemesi olarak yaklaşık 1 mikron boyutlu SiC partikülleri seçilmiştir. Çarpma ve darbelere karşı dayanıklı bir malzeme olan SiC özellikle aşındırıcı malzeme olarak sert metal ve seramik gibi malzemelerin, cam ve aside dayanıklı östenitik çeliklerin işlenmesinde kullanılır. Pota içine konan Etial-24 ergime sıcaklığının üzerine (yaklaşık 700 °C) ısıtılarak ergitilmiş ve ergiyen alaşım içerisine hazırlanan SiC ilave edilmiştir. İşlem sırasında SiC partiküllerinin homojen dağılımları için mekanik bir kolla karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ergiyen alaşım silindirik kalıba dökülerek katılaşmaya bırakılmıştır. Döküm yöntemiyle üretilen MMK malzeme sıcak ekstrüzyon yöntemiyle şekillendirilmiştir. Sıcak ekstrüzyon işlemi SiC partiküllerinin yapı içinde homojen dağılımı sağlamak ve uygulanacak atomizasyon işlemine uygun boyutlu çubuk elde etmek için gerçekleştirilmiştir.

Üretilen tozlarda harcanabilir elektrot çapı 55 mm ile sabit tutulmuş ve 3500 dev/dak'da toz üretimi gerçekleştirilmiştir. Kullanılan düşük devir hızı nedeniyle elde edilen tozlar kaba bir dağılıma sahip olmuştur. Boyut dağılımlarının belirlenmesi için elek analizi yapılmıştır. Kullanılan elek analiz cihazı Şekil 3'de gösterilmiştir.



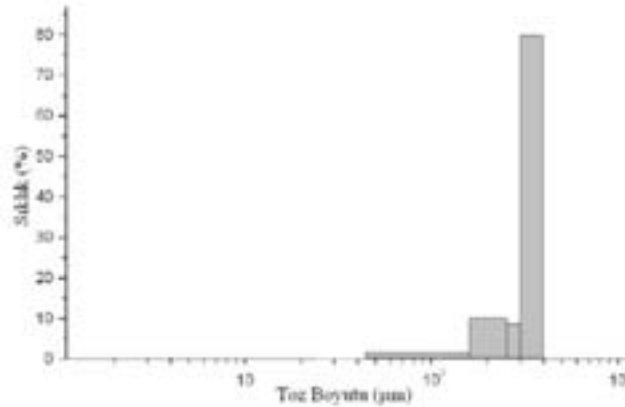
Şekil 3. Elek analizinin gerçekleştirildiği sistem.

Elek analizinde farklı boyutlara sahip 6 elek kullanılmıştır. Eleme süresi 20 dakika olarak uygulanmıştır. Elek analizi sonuçları Çizelge 2’de verilmiştir. 1180, 500, 300, 250, 150 ve 45 mikronluk eleklerden elde edilen dağılımlara göre toz boyut dağılımı histogram şeklinde çizilmiştir (Şekil 4).

**Çizelge 2.** Al-SiC tozlarının elek analizi değerleri.

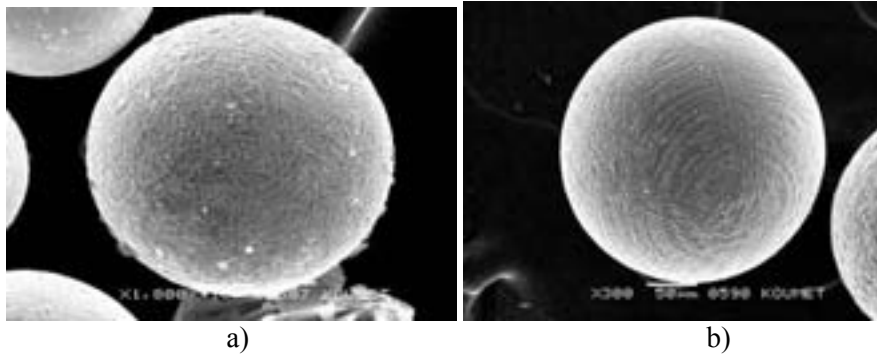
Toz Boyut Aralığı ( $\mu$ )		Miktar (g)	Sıklık (%)
45	150	1,92	0,31
150	250	11,66	1,89
250	300	10,06	1,64
300	500	93,50	15,13
500	1180	397,30	64,26
1180		103,63	16,77
Toplam		1317,6	100

Elek analizi sonuçlarından da görüldüğü gibi en sık dağılım 1180 ve 500 mikronluk elekler arasında olmuştur. Bu şekilde yüksek toz boyut dağılımının ana nedeni üretim prosesinde seçilen devir hızının 3500 rpm gibi düşük hızlarda olmasından kaynaklanmaktadır. PREP yönteminde toz boyut dağılımını belirleyen en önemli parametre devir sayısıdır. Devir sayısındaki artış ile dönen elektrottaki partiküller santrifuj kuvvetle daha fazla saçılacak ve elektrodun alın yüzeyinde ergiyen malzemeden kopan partiküllerin çapı azalacaktır.



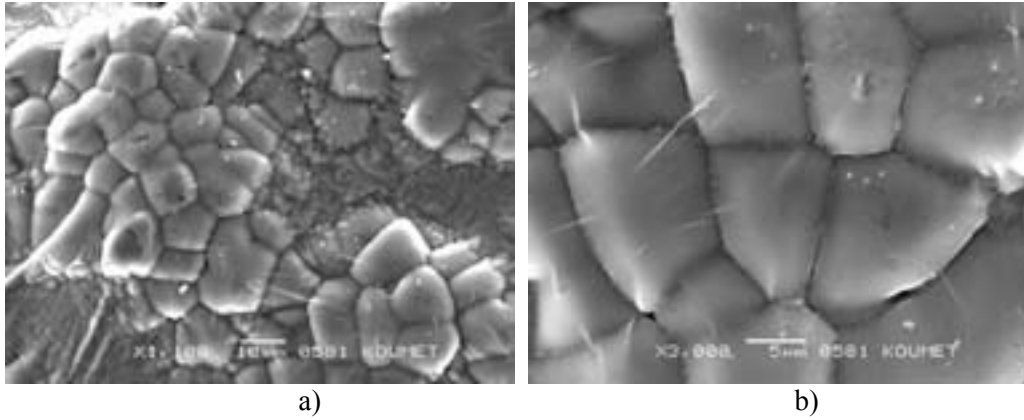
**Şekil 4.** Toz boyut dağılımlarına ait histogram.

Üretilen tozlar istenilen şekilde küreselliğe ve yüksek saflığa sahiptirler. Şekil 5’te PREP ile üretilen farklı boyutlarda tozların SEM görüntüleri verilmiştir.



**Şekil 5.** Üretilen tozların SEM görüntüleri.

Şekil 5'den görüldüğü gibi elde edilen tozlar tamamen küresel karakterdedir. Şekil 5a'da eşeksenli bir yapıya sahip toz tanesi görülmektedir. Şekil 5b ise dendritik katılaşmanın söz konusu olduğu bir toz görülmektedir. Dendrit kolları farklı yönlerde uzamış olarak görülmektedir.



**Şekil 6.** Al-SiC tozuna ait SEM görüntüsü. a) Dendritik ve eşeksenli katılaşma b) büyütülmüş eşeksenli yapı.

Şekil 6a'nın sol tarafında kaba ve eşeksenli oluşumlar görülürken aralarda ince dendritik katılaşma söz konusudur. Şekil 6b'de ise eşeksenli tanelerin büyütülmüş görüntüsü verilmiştir. Burada tane merkezlerinde heterojen çekirdek görevinde bulunmuş partiküller koyu gri kontrastlarıyla görünmektedir. Ayrıca eşeksenli tane sınırlarında ince filmvari çökeltilerin olduğu tespit edilmiştir.

#### 4. SONUÇ VE İLERİ BAKIŞ

Özellikle oksijene ilgisi olan metallerde meydana gelen oksitlenme problemi, PREP sayesinde ergimenin vakum sonrası yüksek saflıkta argon atmosferinde yapılması sonucu sinterlemeye yakın son derece temiz toz üretimini mümkün kılmıştır.

Bu çalışmada, yaklaşık 1 mikronluk SiC partikülleri içeren ve matris malzemesi olarak AlCu4Mg1 alaşımı seçilen kompozit malzeme döküm yöntemi ile üretilmiş ve SiC partikülleri 25 kg'a 1 kg gelecek şekilde yapıya ilave edilmiştir. Oluşturulan alaşım kalıplara dökülerek katılaştırılmış ve sıcak ekstrüzyon sonrası PREP ile atomize edilmişlerdir. Üretilen tozların tamamen küresel karakterde olduğu saptanmış ve Al-SiC tozlarının mikroyapısal karakterizasyonu sonucu dendritik ve eşeksenli bir katılaşma tarzına sahip oldukları tespit edilmiştir.

Dönel elektrot yöntemleri özellikle yüksek oksijene duyarlılık gösteren malzeme grupları için diğer atomizasyon tekniklerine nazaran tercih edilir. Her türlü malzeme plazma destekli dönel elektrot yöntemi ile 500 µm boyuta kadar tam küresel şekilde üretilebilir. Ancak üretim maliyetinin yüksek olması sonucu sistem öncelikle düşük yüzeyel oksidasyon (80-120 ppm O<sub>2</sub>) vb. tarzı üretim için uygulanmaktadır. Arzulanan uygulama koşullarına göre atomizasyon karakteristikleri uygun bir şekilde ayarlanabilir.

#### 5. KAYNAKLAR

1. Sur, G., Şahin, Y. ve Gökkaya, H., *Ergimiş Metal Karıştırma ve Basınçlı Döküm Yöntemi ile Alüminyum Esaslı Tanecik Takviyeli Kompozitlerin Üretimi*, Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Dergisi, Cilt 20, No 2, 233-238, 2005.
2. Naher, S., Brabazon, D. and Looney, L., *Computational and experimental analysis of particulate distribution during Al-SiC MMC fabrication*, Composites, A38, 719-729, 2007.

3. Thünemann, M., Beffort, O., Kleiner, S. and Vogt, U., *Aluminum matrix composites based on preceramic-polymer-bonded SiC preforms*, Composites Sciences and Technology 67, 2377-2383, 2007.
4. Pramanik, A., Zhang, L. C. and Arsecularatne, J. A., *An FEM investigation into the behavior of metal matrix composites: Tool-particle interaction during orthogonal cutting*, International Journal of Machine Tools & Manufacture 47, 1497-1506, 2007
5. Mondal, D. P., Das, S., Suresh, K. S. and Ramakrishnan, N., *Compressive deformation behaviour of coarse SiC particle reinforced composite: Effect of age-hardening and SiC content*, Materials Science and Engineering: A, 460-461, 550-560, 2007.
6. Popov, V. A., Zhizhin, K. Y., Malinina, E. A., Ketsko, V. A. and Kuznetsov, N. T., *A possibility of using mechanical alloying for developing metal matrix composites with light-weight reinforcement*, Journal of Alloys and Compounds, 434-435, 451-454, 2007.
7. Çalgılı, U., Dikbaş, H. ve Taşkın, M., *Sıcak presleme yöntemiyle imal edilmiş SiCp takviyeli alüminyum esaslı kompozitlerin difüzyon kaynağında sürenin birleşme üzerindeki etkisinin incelenmesi*, Fırat Üniv., Fen ve Müh. Bil. Dergisi, 18 (3), 437-443, 2006.
8. Wang, R. M., Surappa, M. K., Tao, C. H., Li, C. Z. and Yan, M. G., *Microstructure and interface structure studies of SiCp-reinforced Al (6061) metal-matrix composites*, Materials Science and Engineering: A, Volume 254, Number 1, 219-226, 1998.
9. Ma, T., Yamaura, H., Koss, A. D. and Voigt R. C., *Dry sliding wear behavior of cast SiC-reinforced Al MMCs*, Materials Science and Engineering: A 360, 116-125, 2003.
10. Gupta, R. K., Mehrotra, S. P. and Gupta, S. P., *Evaluation and optimization of metal matrix composite strip produced by single roll continuous strip casting method*, Materials Science and Engineering: A 465, 116-123, 2007.
11. Looney, L. and O'Donnell, G., *Production of aluminium matrix composite componenets using conventional PM technology*, Materials Science and Engineering: A 303, 292-301, 2001.
12. Min, K. H., Lee, B., Chang, S. and Kim, Y. D., *Mechanical properties of sintered 7xxx series Al/SiCp composites*, Materials Letters 61, 2544-2546, 2007.
13. Gao, Y., Hou, X., Mo, Q., Wei, C. and Qin, X., *Atomic bonding of precipitate and phase transformation of Al-Cu-Mg alloy*, Journal of Alloys and Compounds 441, 241-245, 2007.
14. Karagöz, Ş. and Ymanoğlu, R., *Production of Alloy Powder by PREP Atomization and its Characterization, 4<sup>th</sup> International Powder Metallurgy Conference* May 18-22, Turkish Powder Metallurgy Association, Sakarya University, Sakarya, Turkey, pp. 508-519, 2005.
15. Huanming, C., Benfu, H., Yiwen, Z., Huiying, L. and Quanmao, Y., *Influence of Processing Parameters on Granularity Distribution of Superalloy Powders during PREP*, J. Mater. Sci. Technol., Vol.19, No.6, 2003.
16. Karagöz, Ş. ve Ymanoğlu, R., *PREP Atomizasyonu ile Toz Üretim karakteristiklerinin belirlenmesi*, 12. Uluslararası Metalurji-Malzeme Kongresi, 2005.
17. Ymanoğlu, R., *Titan ve Alaşım Tozlarının PREP Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri, 2005.