

Spex Tipi Mekanik Alaşımlama/Mekanik Öğütme Cihazı ile Üretilen TiB₂ Parçacık Takviyeli Alüminyum Bazlı Kompozit Tozların Karakterizasyonu

Hasan KAYA¹, Dursun ÖZYÜREK²

¹ Kocaeli Üniversitesi Asım Kocabaşık Meslek Yüksek Okulu Makine Programı Hereke/KOCAELİ
² Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Karabük Teknik Eğitim Fakültesi Döküm Bölümü KARABÜK

Özet: Bu çalışmada, SPEX tipi yüksek enerjili mekanik alaşımlama/öğütme (MA/MÖ) değirmeninde TiB₂ seramik parçacık takviyeli Al-bazlı metal matris kompozit (MMK) toz malzeme üretimi yapılmıştır. MA/MÖ işleminde öğütme elemanı olarak 6 mm çapında paslanmaz çelik bilye, 10:1 bilye-toz oranı (BTO), işlem kontrol kimyasalı (İKK) olarak %2 stearik asit kullanılmıştır. Toz ve bilye şarjı glow-box'ta argon ortamında yapılmıştır. Üretilen kompozit tozlar optik mikroskop, tarama elektron mikroskobu (SEM), EDAX analizleri ve toz boyut analizörü ile karakterize edilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda, aynı öğütme süreleri kullanılmasına rağmen takviye elemanı oranı arttıkça toz boyutunda daha fazla küçülme olduğu ve EDAX analizleri sonucunda ise kompozit tozlarda herhangi bir kirlenme olmadığı belirlenmiştir.

Anahtar kelimeler: Mekanik Alaşımlama, Toz Metalürjisi, Kompozit Malzemeler.

Characterisation of Aluminium Based Composite Powders Reinforced With TiB₂ Produced With Spex Type Mechanical Alloying/Milling Equipment

Abstract: In this study, Al-based metal-matrix composite(MMC) powders reinforced with TiB₂ ceramic particles were produced with SPEX type high energy mechanical alloying/ milling equipment. In MA/MM process; stainless steel ball having 6 mm in diameter as a grinding medium, 10:1 ball-powder ratio(BPR), and %2 stearic acid a process control agent (PCA) were used. Loading powders and ball were in a glow-box in argon atmosphere. Composite powders produced were characterised with optical microscopy, scanning electron microscopy(SEM), EDAX analysis and laser powder particle sizer. At the end of the studies, it was found that the particle size became much smaller as the TiB₂ reinforced ratio and EDAX analysis showed that there was no contamination composite powders.

Key words: Mechanical Alloying, Powder Metallurgy, Composite Materials.

Giriş

Metal matris kompozitler, bir metal matriste sağlanan hasar toleransı ve toklukla, seramiklerin sertliğine ve yüksek dayanımına sahip olabilen bir malzeme grubu olarak bilinmektedirler [1]. Yapısal ve fonksiyonel kullanım alanlarında mukavemetleri, geliştirilmiş aşınma dirençleri, yüksek sıcaklık dayanımları ve avantajlı termal-fiziksel özellikleri ile cazip durumdadırlar [2-3]. Metal matris kompozit malzemeler yüksek sıcaklıkta mukavemet, oldukça iyi yapısal ve boyutsal kararlılık, hafiflik ve kolay üretilebilirlik gibi özelliklerin önemli olduğu ileri teknoloji alanlarında, bu özellikleri karşılamaya en kuvvetli aday malzeme grubu durumundadır. Bu malzemelerin üretimi için farklı teknikler kullanılmaktadır.

Kompozit malzeme üretiminde metaller önemli bir yer tutmaktadır. Bu malzemelerin geleceği ise büyük oranda takviye elemanı olarak kullanılan malzemelerin gelişimine bağlıdır. Takviye elemanı boyut ve şekli farklı matrislerde gösterdiği performans açısından matrisi nasıl etkilediği ile ilgili kabul edilmiş uluslararası bir model belirlenmemiştir. Bu durum kompozitlerin tokluğunun işlem ve malzemeyi oluşturan elemanların özellikleri arasındaki karmaşık bir etkileşimle kontrol edildiğini göstermektedir [4].

Al ve Al alaşımlarının matris malzemesi olarak seçilmesinin başlıca amacı; düşük ergime noktası, düşük yoğunluk, oldukça yüksek termal iletkenlik, ısıl davranış kabiliyeti, işlem esnekliği, uygunluk ve son olarak ta düşük maliyette olmasıdır.

Parçacık takviyeli MMK üretimi ise ingot metalürji (IM), atomizasyon ve tozların harmanlanarak öğütülmesiyle yapılmaktadır. IM uygulamalarında takviye fazı TiB olduğunda, yapı içinde büyük partiküllerin çökmesiyle istenilen özellikler elde edilememektedir. Yalnız başına öğütme de, özellikle matris toz ve seramik takviye elemanı arasında oransız bir boyut dağılımı varsa homojen bir partikül dağılımı vermeyebilir. Bu problemler bir homojen dağılımlı takviye fazını üretmek için mekanik alaşımlama işlemi kullanılarak giderilebilmektedir [5]. Titanyum boridler yüksek elastik modülleri, çok iyi refrakterlik özellikleri ve kimyasal açıdan asal olmaları sebebiyle yüksek sıcaklık uygulamaları için özellikle tercih edilen takviye elemanlarıdır [6]. TiB₂, TiB'den daha fazla refrakterlik özelliği gösterirken, TiB sadece titanyumca zengin, dengeli alaşımlarda kararlıdır [7-8].

Materyal ve Metod

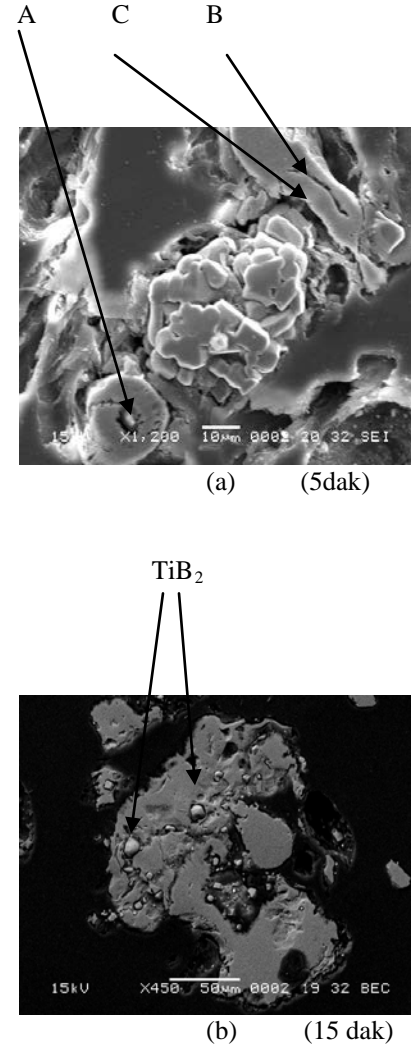
Deneyel çalışmalarda matris malzemesi olarak kullanılan Al tozları Gazi Üniversitesi Mühendislik Fakültesi toz metalürjisi laboratuvarında üretilmiş, takviye malzemesi olarak kullanılan TiB_2 seramik tozları ise CERAC, USA'dan temin edilmiştir. Kullanılan toz malzemelerin kimyasal analizleri Çizelge 1'de verilmiştir. Matris malzemesi olarak kullanılan Al tozlarının ortalama toz boyutu $45 \mu m$ olarak belirlenmiştir. Deneyel çalışmalarda öğütücü olarak Ortadoğu Rulman Sanayinden (ORS) temin edilen 6 mm. çapında yüksek kromlu çelik bilyeler, işlem kontrol kimyasalı (İKK) olarak stearik asit (0,1gr.) ve 10:1 bilye-toz oranı (BTO) temel alınmış ve bütün deneylerde bu sabit oran kullanılmıştır. Mekanik öğütme işlemlerinde hacim bazında üç farklı takviye elemanı oranı(%5, %10 ve %15 TiB_2) ve dört farklı öğütme süresiyle (5, 10, 15 ve 30 dak.) çalışılmıştır. MA/MÖ işlemi için gerekli olan bilye ve toz şarjı argon ortamında öğütme haznesine glow-box içerisinde yapılmıştır. Kullanılan tozların MÖ öncesi ve sonrası toz tane boyut analizleri Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümünde bulunan "MALVERN 2000" marka laser toz boyut ölçüm cihazında yapılmıştır. MÖ işlemi öncesi başlangıç tozlarının ve mekanik öğütme işlemi sonrasında elde edilen tozların, şekil, yüzey durumlarını ve toz ebatlarını belirlemek amacıyla ERDEMİR bünyesindeki Kalite Kontrol Laboratuvarında bulunan "POLARON SC 7620 SPUTTER COATER" marka kaplama cihazında anot malzemesi: Au-Pt alaşımı olan kaplama malzemesi ile numuneler 90 sn kaplanmış ve daha sonra "JEOL JSM-5600" marka tarama elektron mikroskobunda (SEM) incelenmişlerdir. Ayrıca her numune yine Erdemir bünyesindeki Kalite Kontrol Laboratuvarında bulunan "JEOL JSM-5600" marka cihazla MA/MÖ sonucu elde edilmiş tozlardaki öğütme sonucu oluşabilecek kirlenmelerin belirlenmesi için EDAX tekniği ile incelenmiştir. Optik incelemeler, Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Karabük Teknik Eğitim Fakültesi, Metalografi Laboratuvarında bulunan "Nikon" marka optik mikroskopta yapılmıştır.

Çizelge 1. TiB_2 ve Al tozlarının kimyasal analizleri.

	TiB_2	Al
Fe	0,9	0,14
Cu	-	0,032
Cr	-	0,007
Ni	-	0,007
Mn	-	0,007
Si	-	0,142
Na	-	0,844
K	-	0,333
O	1,3	-
B	3,02	-
Kalan	Ti	Al

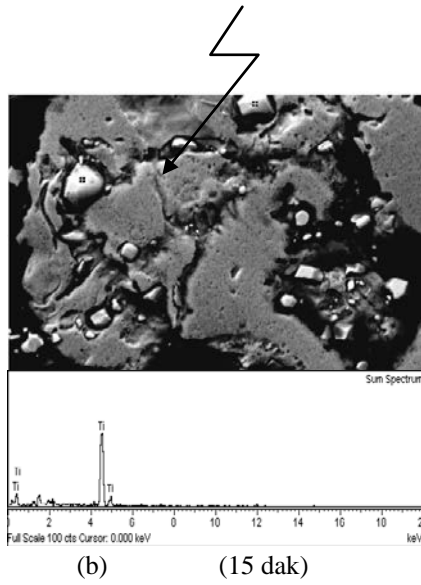
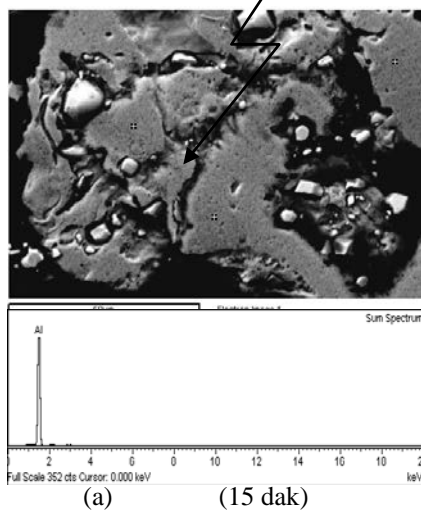
Deneyel sonuçlar ve tartışma

MA/MÖ metoduyla Al matrisli kompozit (AMK) malzeme üretiminde dört farklı öğütme süresi ve üç farklı hacim oranı kullanılmıştır. Mekanik öğütme (MÖ) işlemi sırasında tozların şekil, boyut ve yüzeylerinin incelenmesi amacıyla tarama elektron mikroskobu (SEM) çalışması yapılmıştır (Şekil 1). Şekil 1.a ve 1.b'de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde 5 dakikalık işlem sonucunda tozlarda meydana gelen deformasyon ve deformasyona bağlı olarak oluşan şekil değişiklikleri görülebilmektedir. MÖ etkisiyle yumuşak bir matris elemanı olan Al tozlara TiB_2 seramik takviye elemanları gömülmektedir (A ile gösterilen bölge). 15 dakikalık MÖ sonrasında alınan numunenin SEM görüntüsünde ise matris toz yüzeyine gömülen TiB_2 parçacıklarının kenarlarında kılcal çatlak başlangıçları oluşmaya başlamıştır. Öğütme işlemi sonrasında Al matris tozlarının yassılaşıp pulcuk haline geldiği (B noktası) ve toz tanelerinde öğütme süresinin artmasıyla kırılma öncesi çatlakların oluşmaktadır (C noktası).

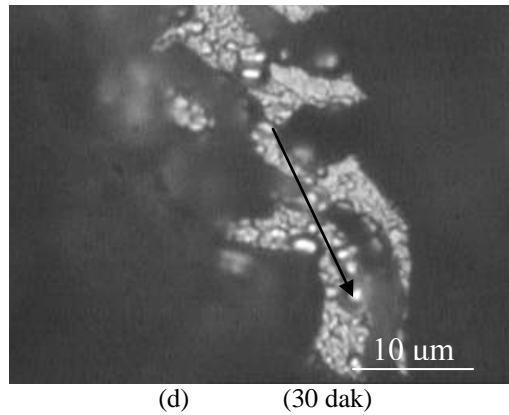
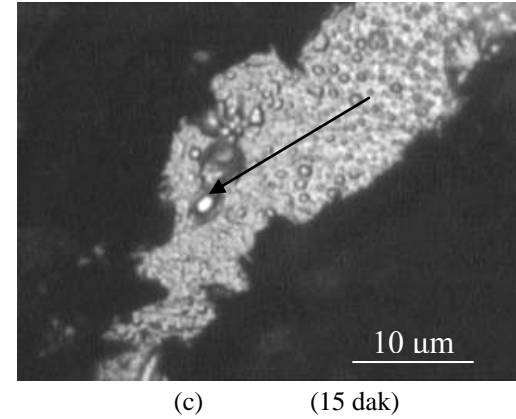
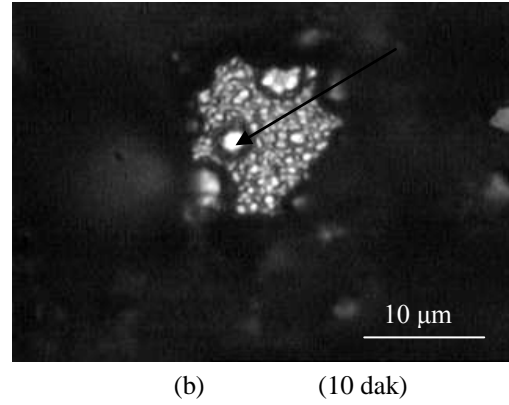
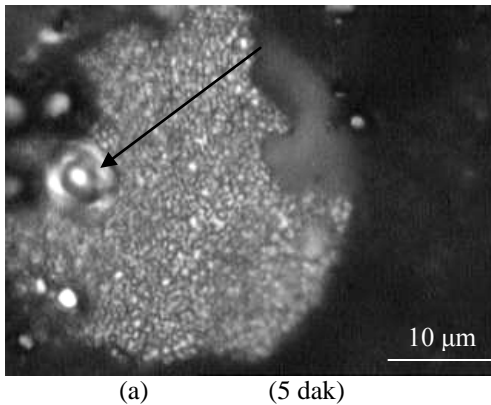


Şekil 1. Farklı sürelerde mekanik alaşımlama/öğütme yapılmış $Al+5\% TiB_2$ toz karışımının tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri.

Şekil 2'de 15 dakika mekanik öğütülen $Al+5\% TiB_2$ kompozit toz karışımından alınan seçili alan EDAX analizi sonuçları verilmiştir. Matris tozdan alınan analiz, öğütme işlemi sırasında ortamdan kaynaklanan (öğütme kabı ve öğütücü bilyelerden) herhangi bir kirlenmenin oluşmadığını göstermektedir (a). Şekil 2.b'de gösterilen noktadan alınan ölçümlerde ise yumuşak matrise seramik takviye elemanlarının gömüldüğünü göstermektedir.



Şekil 2. 15 dak. mekanik alaşım/öğütme yapılmış $Al+5\% TiB_2$ toz karışımının tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüleri ve EDAX analizleri.

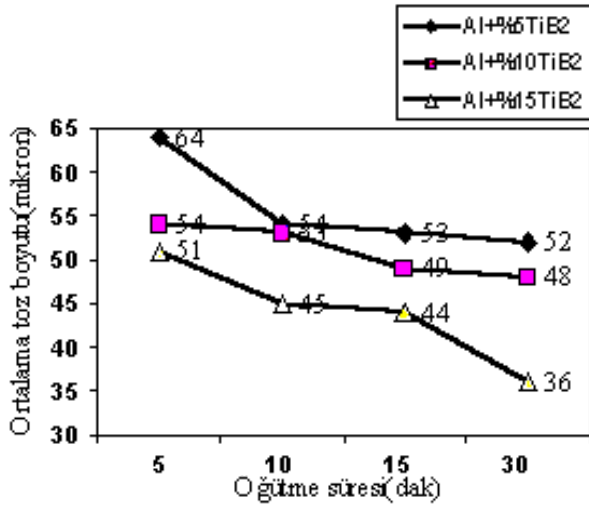


Şekil 3. Farklı sürelerde öğütülmüş $Al+15\% TiB_2$ toz karışımının dağlanmış optik mikroskop görüntüleri.

Şekil 3'de 5, 10, 15 ve 30 dakika mekanik öğütülen $Al+15\% TiB_2$ toz karışımlarından alınan optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Görüntüleri alınan numuneler Al matris yüzeyine gömülen TiB_2 parçacıklarının daha iyi görülebilmesi için yüzeyleri dağlanmıştır (Dağlama reaktifi 1 gr NaOH ve 50 ml saf su kullanılarak hazırlanmış ve numuneler 55 sn süre ile reaktif içerisinde bekletilmiştir). 5 dakikalık öğütme sonunda elde edilen $Al + TiB_2$ MMK tozların toz boyutları irileşirken, 10 dakikalık öğütme sonucunda $Al + TiB_2$ tozlarındaki partikül boyutlarının küçüldüğü, 15 ve 30 dakikalık işlemler sonrasında ise bu küçülmenin devam ettiği belirlenmiştir. $Al+5\%TiB_2$ kompozit toz karışımında dört farklı sürede elde edilen d_{50} (ortalama toz boyutu) değerleri, $Al+15\%TiB_2$ kompozit toz karışımının en düşük d_{50} değerleriyle karşılaştırıldığında daha büyük olduğu görülmektedir (Çizelge 2).

Çizelge 2. Farklı sürelerde öğütülen üretilmiş metal matris toz kompozit malzemelerin toz boyutu analizi sonuçları.

Malzeme	Öğütme süresi (dak)	Ortalama toz boyutu d_{50} (μm)
Al+%5 TiB ₂	5	64
	10	54
	15	53
	30	52
Al+%10TiB ₂	5	54
	10	53
	15	49
	30	48
Al+%15TiB ₂	5	51
	10	45
	15	44
	30	36



Şekil 4. Değişik takviye oranlarındaki toz kompozit malzemenin öğütme süresine bağlı ortalama toz boyutu.

Şekil 4'de üç farklı bileşimdeki (hacim bazında %5, %10 ve %15) Al+TiB₂ kompozit toz karışımlarının dört farklı sürede (5, 10, 15 ve 30 dak) mekanik öğütülmesi sonucu elde edilen zamana ve bileşime bağlı toz boyut dağılımı grafik olarak verilmektedir. Farklı sürelerde öğütülen Al+%5TiB₂ kompozit toz karışımında elde edilen d_{50} değerleri 64 - 52 μm olurken, Al+%15TiB₂ kompozit toz karışımının d_{50} değerlerinin 51- 36 μm aralığında olduğu belirlenmiştir.

Mekanik öğütme işlemi sırasında bilyeler tarafından toz parçacıklara sürekli olarak bir kuvvet uygulanmakta ve uygulanan bu kuvvet etkisiyle toz şeklinde değişimler meydana gelmektedir. Toz boyutundaki değişimler ise; başlangıç aşamasında soğuk kaynaklanma nedeniyle parçacık boyutunda artış olurken işlem ilerledikçe yeterli deformasyon sertliğine ulaşan toz malzemelerde kırılmalar meydana gelmekte ve buna paralel olarak da parçacık boyutunda küçülmeler olmaktadır. Yapılan bazı çalışmalarda uzun süreli olarak yapılan MA/MÖ işlemleri sonunda toz malzemelerde kirlenmelerin olduğu vurgulanmaktadır [9]. Ayrıca MA/MÖ işleminde oluşan

yüksek enerjili öğütme nedeniyle toz parçacıkları aşırı deforme olmakta ve malzemelerde dislokasyon, boşluk, istif hataları ve tane sınırı artması gibi bir takım kristal yapı hataları oluşmaktadır [10]. Kristal yapıdaki bu hatalar ise çözen elementlerin (takviye elemanlarının) matris içerisine dağılımını artırmaktadır. Ayrıca inceltirilmiş toz yapısı sonucu difüzyon mesafeleri de azalmaktadır.

Al+TiB₂ kompozit malzeme üretiminde parçacık boyutu ve takviye elemanı oranının ve dağılımın önemli olduğu ve üretilen malzemenin mekanik özellikleriyle bu değişkenlerin yakın ilişkisi yapılan çalışmalarla da ortaya konmaktadır [8]. Şekil 3'de verilen optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde öğütme süresine paralel olarak TiB₂ taneciklerinde küçülme olduğu ve matriste daha dengeli dağıldığı gözlenmektedir. Salvador ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada Al matris de %5, %10 ve %15 TiB₂ kullanmışlar ve yapıda uniform olarak dağılan küçük TiB₂ parçacıklarının dayanımı artırdığını ve daha yüksek gerinim değerlerine ulaşıldığını belirlemişlerdir [11].

Sonuçlar

- MÖ işleminde dört farklı malzeme kombinasyonu (Al+%5 TiB₂, Al+%10 TiB₂ ve Al+%15 TiB₂) mekanik öğütülmüştür. Öğütme işlemi sonrası alınan toz boyut analizlerinde, aynı öğütme süreleri kullanılmasına rağmen takviye elemanı oranı (hacim bazında) arttıkça toz boyutunda daha fazla küçülme olduğu görülmüştür. Al+TiB₂ kompozit toz karışımlarında 5 dakikalık öğütmeden itibaren öğütme süresine bağlı olarak lineer olarak bir düşüş olduğu belirlenmiştir.
- Yapılan tarama elektron mikroskopu (SEM) ve EDAX analizlerinde mekanik öğütülen toz malzemelerde herhangi bir kirlenme olmadığı belirlenmiştir. Bu durumda öğütme haznesinin yapıldığı malzemenin kalitesi, öğütme süresinin kısa olması ve şarj yükleme aşamasında kullanılan argon ortamının etkili olduğu belirlenmiştir.

Kaynaklar

- Godfrey, T.M.T., Wishbey, A., Goodwin, P.S., Bagnall, K., C.M. 2000. Ward-Close. Microstructure and tensile properties of mechanically alloyed Ti-6Al-4V with boron additions. Materials Sci. And Eng. A282, 240-250.
- A. Chou. T.W, Okura, A., 1985. Fibre-Reinforced Metal-Matrix Composites, 16-187.
- Fischer, J.J., Heaberle, R.M., 1988. Modern developments in metal composites. Int. Conf. Proc., 24-30 September, Illinois, Chicago, U.S.A., pp. 461-477.
- Friend, C.M., 1987. The effect of matrix properties on reinforcement in short alumina fibre-aluminium metal matrix composites. Journal of Materials Science, 22, 3005-3010.
- Bormann, R., 1993. Amorphization by Mechanical Alloying in Metallic Systems with Positive Gibbs Energy of Formation. Oberursel, D.G.M.

- Informations Gesellschaft, ed. Aldinger F., P.T.M. 93, 247p.
- [6]. Dubey, S., Soboyejo, A.B.O., Soboyejo, W.O., 1997. An Investigation of the Effects of Stress Ratio and Crack Closure on the Micromechanisms of Fatigue Crack Growth in Ti-6Al-4V. *Acta Materialia*, 45, 2777-2787.
- [7]. Philliber, J.A., Dary, F.C., Zok, F.W., Levi, C.G., in: P.A. Blenkinsop (Ed.), 1995. *Proceeding of the 8th World Conference on Titanium*, London, p.2714
- [8]. Lu, L., Lai, M.D., Wang, H.Y., 2000. Synthesis of Titanium Diboride TiB₂ and Ti-Al-B Metal Matrix Composites. *Journal of Mater. Sci.* 35, 241-248.
- [9]. Suryanarayana, C., 1995. Does a disordered γ -TiAl phase exist in mechanically alloyed Ti-Al powders. *Intermetallics*, 3, 153-160
- [10]. Suryanarayana, C., 2001. Mechanical Alloying and Milling, *Progress in Materials Science.* 46, 1 – 184.
- [11]. Salvador, M.D., Amigo, V., Martinez, N., Ferrer, C., 2003. Development of Al-Si-Mg alloys reinforced with diboride particles. *Journal of Materials Processing Technology* 143-144, 598-604.