

TUNGSTEN KARBÜR TAKVİYELİ BAKIR ESASLI KOMPOZİT TOZUNUN MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİYLE SENTEZİNE İŞLEM KONTROL KATKILARININ ETKİSİ

Serkan BIYIK * 

Alınma: 24.11.2023; düzeltme: 23.07.2024; kabul: 18.09.2024

Öz: Tungsten karbür (WC) parçacık-takviyeli bakır (Cu) esaslı kompozitler geleneksel malzemelere göre özellikle aşınma dayanımı, sertlik, yüksek sıcaklık dayanımı ve ark oluşumu ile gerçekleşen malzeme transferi üzerindeki olumlu etkileri sayesinde elektrik kontak malzemesi üretiminde kullanılmaktadır. WC, elektrik kontak malzemelerinin üretiminde sıklıkla takviye malzemesi olarak kullanılır. Cu/WC kompozit tozu; işlem kontrol katkısı cinsi ve miktarı, öğütme hızı, bilye-toz-ağırlık oranı ve öğütme süresi gibi birçok işlem parametresinin optimize edilmesi sayesinde mekanik alaşımlama (MA) yöntemi ile üretilebilir. Bu nedenle çalışmada işlem kontrol katkısının, Cu/WC kompozit toz sentezine etkisi araştırılmıştır. Bu amaçla Cu ve WC tozlarından oluşan karışıma katı işlem kontrol katkısı olarak stearik asit, polietilen glikol ve çinko stearat ayrı ayrı ilave edilerek oluşturulan üç farklı karışım bilyeli öğütücüde öğütülmüştür. Polietilen glikol kullanımında öğütme verimi en düşük seviyelerde iken çinko stearatın 16 saate kadar belirgin etkisi öne çıkmaktadır. Ortalama toz boyutu değerleri ve SEM görüntülerinin karşılaştırılmasından 25 saatlik öğütme sonucunda en uygun işlem kontrol katkısının stearik asit olduğu tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Bakır esaslı elektrik kontak malzemeleri, Tungsten karbür, İşlem kontrol katkısı, Çinko stearat, Polietilen glikol, Stearik asit

Effect of Process Control Agents on the Synthesis of Tungsten Carbide Reinforced Copper Based Composite Powder Using Mechanical Alloying Method

Abstract: Tungsten carbide (WC) particle-reinforced copper (Cu) based composites, due to their wear resistance, hardness, high-temperature strength and excellent resistance to material transfer through arcing as compared to conventional materials, are used to produce electrical contact materials. WC is frequently used as a reinforcing material in production of electrical contact materials. Cu/WC composite powder can be produced using mechanical alloying (MA) technique by carefully optimizing a number of process parameters such as type and amount of process control agent, milling speed, ball-to-powder weight ratio and milling time. Therefore, this study investigated the effect of process control agent on the synthesis of Cu/WC composite powder. For this aim, three different powder mixtures containing Cu powder, WC powder and separately added solid process control agents (stearic acid, polyethylene glycol and zinc stearate) were milled in a ball-mill. The usage of zinc stearate was found effective up to 16 hours of milling whereas polyethylene glycol decreased milling efficiency to minimal value as compared to the other process control agents. In comparing average particle sizes and SEM pictures after 25 hours of milling, stearic acid was found the most suitable choice.

Keywords: Copper based electrical contact materials, Tungsten carbide, Process control agent, Zinc stearate, Polyethylene glycol, Stearic acid

* Karadeniz Teknik Üniversitesi, Abdullah Kanca Meslek Yüksekokulu, Makine ve Metal Teknolojileri Bölümü, 61530, Trabzon

İletişim Yazarı: Serkan BIYIK (serkanbiyik@ktu.edu.tr)

1. GİRİŞ

Elektriksel uygulamalarda önemli bir rolü olan elektrik kontakları özellikle röle veya kontaktör gibi bazı devre bileşenlerinin istenen zamanlarda açılıp kapanması yoluyla akımın iletilmesini ve kesilmesini üstlenen elemanlardır. Kontak yüzeylerinin birbirine temas etmesi ve birbirinden ayrılması gibi farklı durumlarda elektriksel akımın da etkisiyle ark oluşumu gözlemlenir. Ark oluşumu; malzeme transferi, kütle kaybı, malzeme bileşenlerinin belirli bölgelerde kümelenmesi, oksitlenme, faz dönüşümü, termal yorulma, plazma etkisi ve morfolojik dönüşümler gibi çok sayıda olayın etkileşimi sonucunda gelişen ve kontak yüzeylerinde birikimli olarak bozunuma sebep olan bir durumdur (Li ve diğ., 2020a; Mohandoss ve Robert, 2023). Ark oluşumu haricinde kontak yüzeyleri ayrıca mekanik aşınmaya da maruz kalmakta ve bunun sonucunda malzeme transferi ve yüzey bozunumuna bağlı olarak elektriksel akım altındaki bölge sürekli değişim göstermektedir. Artan çevrim sayısı ve akım değeri gibi değişkenlere bağlı olarak kontak yüzeylerindeki bozunum ve malzeme kaybı devamlı artış gösterir (Li ve diğ., 2021; Bıyık ve Aydın, 2016).

Elektrik kontak malzemelerinin işlevini servis ömrü dahilinde sorunsuz bir şekilde yerine getirebilmesi için yüksek ısı ve elektriksel iletkenlik, yüksek sertlik, kimyasal olarak agresif seyir gösteren ortamlara dayanabilme ve yüksek ergime sıcaklığı gibi önemli mühendislik beklentilerini karşılayabilmeleri gerekir. Elektrik kontaklarının üretiminde, özellikle gümüş (Ag) ve bakır (Cu) matris başta olmak üzere, bu elementlere yapılan değişik takviyelerle gittikçe daha da genişleyen bir malzeme yelpazesinin mevcut olduğu söylenebilir (Li ve diğ., 2020b; Guo ve diğ., 2023; Bıyık, 2019a; Güler ve diğ., 2021). Özellikle son yıllarda daha ekonomik ve çevre dostu yöntem ve malzemelerle kadmiyum oksit (CdO) gibi toksik etkileri belirtilen (Liu ve diğ., 2021; Wang ve diğ., 2023; Bıyık ve diğ., 2015) malzeme yerine alternatif malzeme arayışları ivme kazanmıştır (Guzmán ve diğ., 2023; Ma ve diğ., 2023; Bıyık, 2019b). Bu bağlamda çinko oksit (ZnO), kalay oksit (SnO₂) ve refrakter metal takviyeleri ön plana çıkmaktadır (Bıyık ve Aydın, 2017a; Wang ve diğ., 2022; Bıyık, 2017; Mu ve diğ., 2022). Ayrıca ana takviye malzemelerine ek olarak bazı minör katkı maddeleri kullanıldığında fiziksel ve mekanik özelliklerdeki iyileşmeler neticesinde ark sönümlenme kapasitesi ve ark-erozyon performansının olumlu etkilendiği gözlemlenmiştir (Lungu ve Barbu, 2022; Liang ve diğ., 2023; Pang ve diğ., 2023). Kontak malzemelerinin yüzey davranışlarını iyileştirmeye yönelik son yıllarda özellikle kaplama malzemeleri ve teknolojilerine de yönelme olmuştur (Kumar ve diğ., 2020; Kiryukhantsev-Korneev ve diğ., 2023; Liu ve diğ., 2023).

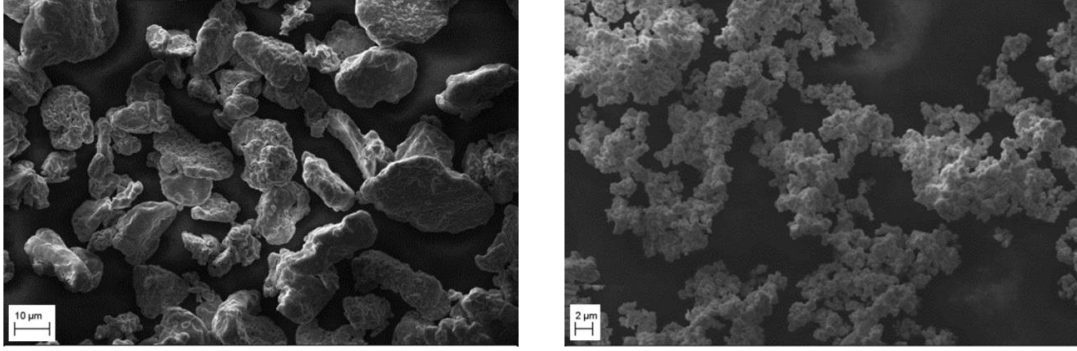
Kontak malzemelerinin üretiminde alaşımlama, döküm, toz metalürjisi (TM) ve iç oksidasyon gibi farklı yöntemler kullanılabilir. Bu çalışmada özellikle bileşim seçimi konusundaki esnekliğinden dolayı TM yöntemi ile parça üretimine odaklanılmıştır. Üretilecek kontak malzemelerinin optimum performans gösterebilmesi için uygulanacak üretim yöntemine ek olarak homojenlik ve tane boyutu gibi bazı parametrelerin etkisinin de dikkate alınması önem arz etmektedir. Bu bağlamda TM yöntemi ile birlikte daha homojen ve ince taneli bir içyapı elde edilmesi amacıyla mekanik alaşımlama (MA) yönteminden de faydalanılmıştır. Böylece MA yöntemi ile kaba tane yapısına sahip malzemelere nazaran daha üstün fiziksel ve mekanik özelliklere sahip, oldukça ince taneli ve nanoyapılı malzemelerin üretimi mümkün hale gelmiştir (Bıyık, 2018a). MA, öğütme parametreleri (bilye-toz-ağırlık oranı, öğütme hızı, işlem kontrol katkısı cinsi ve miktarı, öğütme kabı ve bilyelerin üretildiği malzeme, öğütme çevrim sistematığı ve çevrimler arası bekleme süreleri, toplam öğütme süresi, öğütme kabının doluluk oranı vb.) en uygun değerler seçildiği takdirde başlangıç toz karışımı üzerinde oldukça etkili olan ve kısa sürede kompozit toz sentezini sağlayan bir yöntemdir. Öğütme parametrelerinin ideal değerlerin dışında seçilmesi; öğütme süresinin uzaması, kirlilik ve öğütme veriminin düşmesi gibi bazı istenmeyen durumlarla karşılaşılmasına yol açacağından her farklı kompozit için kimyasal bileşim ve elementlerin oranlarına bağlı olarak öğütme parametrelerinin optimize edilmesi gerektiği ön plana çıkmaktadır.

Öğütme parametrelerinden biri olan işlem kontrol katkısının türü ve miktarı ile ilgili yapılan çalışmalara bakıldığında işlem kontrol katkısının tek seferde değil de aşamalı olarak katılmasının alüminyum (Al) alaşım tozunun öğütülmesi üzerindeki etkileri incelenmiştir (Canakci ve diğ., 2013). Buna göre işlem kontrol katkılarının başlangıçta tek seferde katılması yerine aşamalı olarak belirli çevrim aralıklarında öğütme kabına dahil edilmesinin özellikle soğuk kaynak ve kırılma arasındaki dengenin sağlanması hususunda daha etkili olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca aşamalı işlem kontrol katkısı yönteminde ilk ilave edilen katkı oranının % 0,25 - % 2 arasında değiştirilmesinin de aşırı soğuk kaynağın kontrol altına alınmasına yardımcı olduğu belirtilmiştir. Diğer bir çalışmada Al_2O_3 takviyeli Ti matrisli kompozitlerin üretimine üç farklı işlem kontrol katkısının (stearik asit, polivinil alkol (PVA) ve etanol) etkileri incelenmiştir (Kaykılarli ve diğ., 2024). Buna göre en yüksek sertlik ve en düşük spesifik aşınma oranı % 5 Al_2O_3 takviyeli ve işlem kontrol katkısı olarak da etanol içeren numuneden elde edilmiştir. Başka bir çalışmada ise Al-10% Al_2O_3 kompozit toz sentezinde işlem kontrol katkısı miktarının yapay sinir ağları ile modellenmesi üzerine deneyler yapılmıştır (Canakci ve diğ., 2012a). İşlem kontrol katkısı olarak ağırlıkça % 1 - % 3 arasında metanol kullanılmıştır. Toz akışı, yoğunluk, parçacık boyutu ve sertlik deneyleri sonucunda yapay sinir ağları yönteminin % 4,93 hata payı ile bu değerlerin tahmininde kullanılabileceği belirtilmiştir. Al-10% Al_2O_3 kompozit toz sentezi ile ilgili yapılan başka bir çalışmada ise bir işlem kontrol katkısı olan metanolün optimum oranını belirlemek için % 1 - % 3 arasında metanol katkıları kullanılarak öğütme deneyleri gerçekleştirilmiştir (Canakci ve diğ., 2012b). Buna göre % 2 oranına kadar artan metanolla kompozit özelliklerinde iyileşmeler gözlemlenirken % 3 metanol oranında mikrosertlik değerlerinde azalma görülmüştür. Buna göre optimum metanol oranı % 2 olarak bulunmuştur. Öğütme parametreleri dışında başlangıç tozlarının boyut, şekil ve saflık değerleri de özellikle elektrik kontak malzemesi üretiminde kompozit toz sentezi aşamasında etkili olmaktadır (Li ve diğ., 2020c; Zhang ve diğ., 2023). Bu amaçla bu çalışmada bir MA parametresi olan işlem kontrol katkısı cinsinin tungsten karbür (WC) takviyeli Cu kompozit toz sentezindeki toz boyut ve morfolojisine olan etkileri araştırılmıştır. En uygun işlem kontrol katkısı türüne ve öğütme süresine karar verilmeye çalışılmıştır.

2. AMAÇ, GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada bilyeli öğütme deneyleri için başlangıç malzemeleri olarak sırasıyla Cu (maksimum toz boyutu 44 μm , % 99 saflıkta) ve WC (ortalama toz boyutu 10 μm , % 99 saflıkta) tozları kullanılmıştır. Cu matris, WC ise takviye malzemesi olarak tercih edilmiştir. Şekil 1'de başlangıç tozlarına ilişkin taramalı elektron mikroskobu (Zeiss Evo LS 10) görüntüleri verilmiştir. Karışımları oluşturan tozların morfolojik analizi için Şekil 1'de verilen görüntüler incelendiğinde, matris fazı olan Cu tozunun düzensiz (Şekil 1a), takviye elemanı olan WC tozunun ise açılı (Şekil 1b) formda olduğu görülmektedir. Yine aynı toz görüntüleri incelendiğinde takviye ve matris elemanları arasındaki boyutsal farklılığın belirgin olduğu ve matris fazının takviye fazına nazaran daha yüksek boyutta olduğu öne çıkmaktadır. Önceden belirlenen ağırlık oranlarında (%75:25) başlangıç tozları hassas terazide tartılarak öğütme öncesi toz karışımları hazırlanmıştır. Bu çalışmada kompozit tozu oluşturan bileşenler dikkate alındığında, kompozit toz bileşiminin %75 oranında sünek yapıda bakır tozu ihtiva ettiği görülmektedir. Mekanik alaşımlama deneylerinde özellikle bileşimi oluşturan elementler içerisinde sünek toz içeren elementler olması durumunda işlem kontrol katkısı kullanımı zorunludur (Suryanarayana, 2004). Ancak bileşimin tamamen gevrek yapıdaki toz bileşenlerinden oluşması durumunda işlem kontrol katkısının kullanılmadığı durumlar da söz konusu olabilir. Bu çalışmada oldukça yüksek oranda sünek toz içeren bileşim sentezlendiği için tüm numunelerde işlem kontrol katkısı kullanılmıştır. Bu şekilde hazırlanan üç karışımdan her birine farklı işlem kontrol katkısı (stearik asit, polietilen glikol ve çinko stearat) % 2'lik ağırlık oranında ilave edilerek üç farklı karışım öğütme işlemine hazır hale getirilmiştir. Öğütücü kap ve bilye malzemesi olarak özellikle sert malzemelerin öğütülmesine elverişli olmasından ötürü WC malzeme seçilmiştir. Bilye çapı olarak 10 mm tercih edilmiştir. Bu çalışmada öğütme deneyleri için iki istasyonlu gezegen tip bilyeli öğütücü (Retsch PM 200)

kullanılmıştır. Hazırlanan toz karışımları öğütücü kaplara ve sonra da bilyeli öğütücüye uygun şekilde yerleştirilerek hava ortamında 300 d/dk'lık öğütme hızında ve 10:1'lik bilye-toz-ağırlık oranında öğütme işlemleri gerçekleştirilmiştir. Öğütme çevrim sistematığı 2 dk. öğütme ve 1 dk. bekleme süresi olacak şekilde bir çevrim için toplam 3 dk. olarak tasarlanmıştır. Belirli çevrim sayıları sonunda hem toz boyut ve morfoloji analizleri için uygun miktarlarda numuneler alınmış hem de öğütme kabı sıcaklığının aşırı artması engellenerek ortam sıcaklığına düşmesi sağlanmıştır. İlgili çevrim sayıları dahilinde ortalama toz boyutunun belirlenmesinde parçacık boyut analizi cihazı (Malvern Mastersizer 2000) kullanılmıştır. Öğütme öncesi başlangıç tozlarından en büyük ortalama toz boyutuna sahip ve matris malzemesi olarak seçilen bakır tozu kullanılarak Mastersizer toz boyut ölçüm cihazında ölçümler yapılmıştır. Bunun için öncelikle uygun miktarlarda su dolu beher Mastersizer cihazına yerleştirilmiştir. Ardından Cu için uygun kırılma endeksi seçilerek işlem başlatılmıştır. Daha sonra pompa çalıştırılmış ve beher içerisine kademeli olarak bakır tozu ilave edilerek ultrasonik karıştırmanın da etkisiyle ilgili toz boyut ölçümleri yapılmıştır. Buna göre öğütme öncesi ortalama toz boyut değeri (d_{50}) 28,89 μm olarak ölçülmüştür. Toplam 25 saatlik efektif öğütme süresi boyunca her bir işlem kontrol katkısının kullanımı ayrı ayrı değerlendirilerek kompozit toz sentezine ilişkin son toz boyut ve morfolojilerindeki değişimler karşılaştırılmıştır. Böylece Cu/25WC kompozit toz sentezi için %2'lik ağırlık oranında en uygun katı işlem kontrol katkısının cinsi ve öğütme süresi belirlenmiştir.



(a)

(b)

Şekil 1:
Başlangıç toz morfolojileri;
a. Cu ve b. WC tozu

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

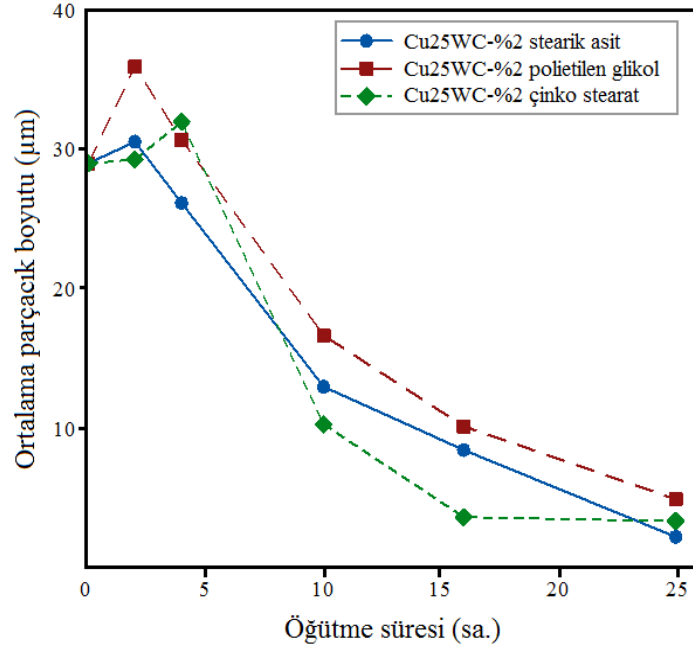
Belirlenen öğütme çevrim sistematığı doğrultusunda 25 saatlik toplam öğütme süresine kadar belirli aralıklarla (2, 4, 10, 16 ve 25 saat) alınan toz numunelerine ait ortalama toz boyutu değerleri Tablo 1'de verilmiştir. Buna göre öğütme öncesi ortalama toz boyutu değeri (d_{50}) 28,89 μm olarak ölçülmüştür. Özellikle ilk 4 saatlik öğütme süresince ortalama toz boyutu değerlerinde dalgalanmalar gözlemlense de genel eğilim stearik asit, polietilen glikol ve çinko stearat katkılarının kullanımına bağlı olarak ortalama toz boyutu değerlerinin artan öğütme süresiyle azalması yönündedir.

Tablo 1. Artan öğütme süresi ile birlikte farklı işlem kontrol katkısı kullanımına bağlı olarak değişen Cu/25WC ortalama toz boyutu değerleri

Kimyasal bileşim	Öğütme süresi ile değişen ortalama toz boyutu değerleri					
	0 saat	2 saat	4 saat	10 saat	16 saat	25 saat
Cu/25WC-% 2 stearik asit	28,89 µm	30,53 µm	26,07 µm	12,90 µm	8,31 µm	2,16 µm
Cu/25WC-% 2 polietilen glikol	28,89 µm	35,91 µm	30,58 µm	16,54 µm	10,09 µm	4,79 µm
Cu/25WC-% 2 çinko stearat	28,89 µm	29,20 µm	31,88 µm	10,23 µm	3,47 µm	3,29 µm

Mekanik alaşımlama yöntemi ile daha homojen ve ince taneli bir içyapı elde edilebilmesi için daha önce bahsedilen MA parametreleri üzerine çok sayıda deneyler yapılması gerekir (Bıyık ve Aydın, 2017b). Bu optimizasyonun gerçekleştirilmesi için işlem kontrol katkısı türü ve öğütme süresinin incelenmesi de önem arz etmektedir (Bıyık, 2019c). MA işleminin doğası gereği eğer uygun işlem kontrol katkısı kullanılırsa öğütme süresinin artması ile birlikte soğuk kaynak, plastik deformasyon ve kırılma gibi olaylar arasındaki etkileşim olumlu yönde ilerler. Yeterli miktarın çok altında veya çok üzerinde işlem kontrol katkısı kullanımı ise her iki durumda olumsuz etki yaratacak ve öğütme verimini düşürecektir. Başlangıç tozları bilyeler arasında veya bilye ve öğütücü kap yüzeyleri arasında sürekli darbeye maruz kalmakta ve bunun sonucunda da gerek morfolojik gerek boyutsal açıdan değişim göstermektedirler. Öğütme işleminin ilk aşamalarında soğuk kaynağın kırılma olayına nazaran daha baskın olduğu ve bunun sonucunda da ortalama toz boyutu değerlerinde dalgalanmalar olduğu literatürdeki çalışmalarda ortaya konulmuştur (Suryanarayana, 2004; Bıyık, 2018b). Tablo 1'deki ortalama toz boyutu değerlerinin ilk 4 saatlik öğütme süresince dalgalanma göstermesi de bu bulguyu doğrular niteliktedir.

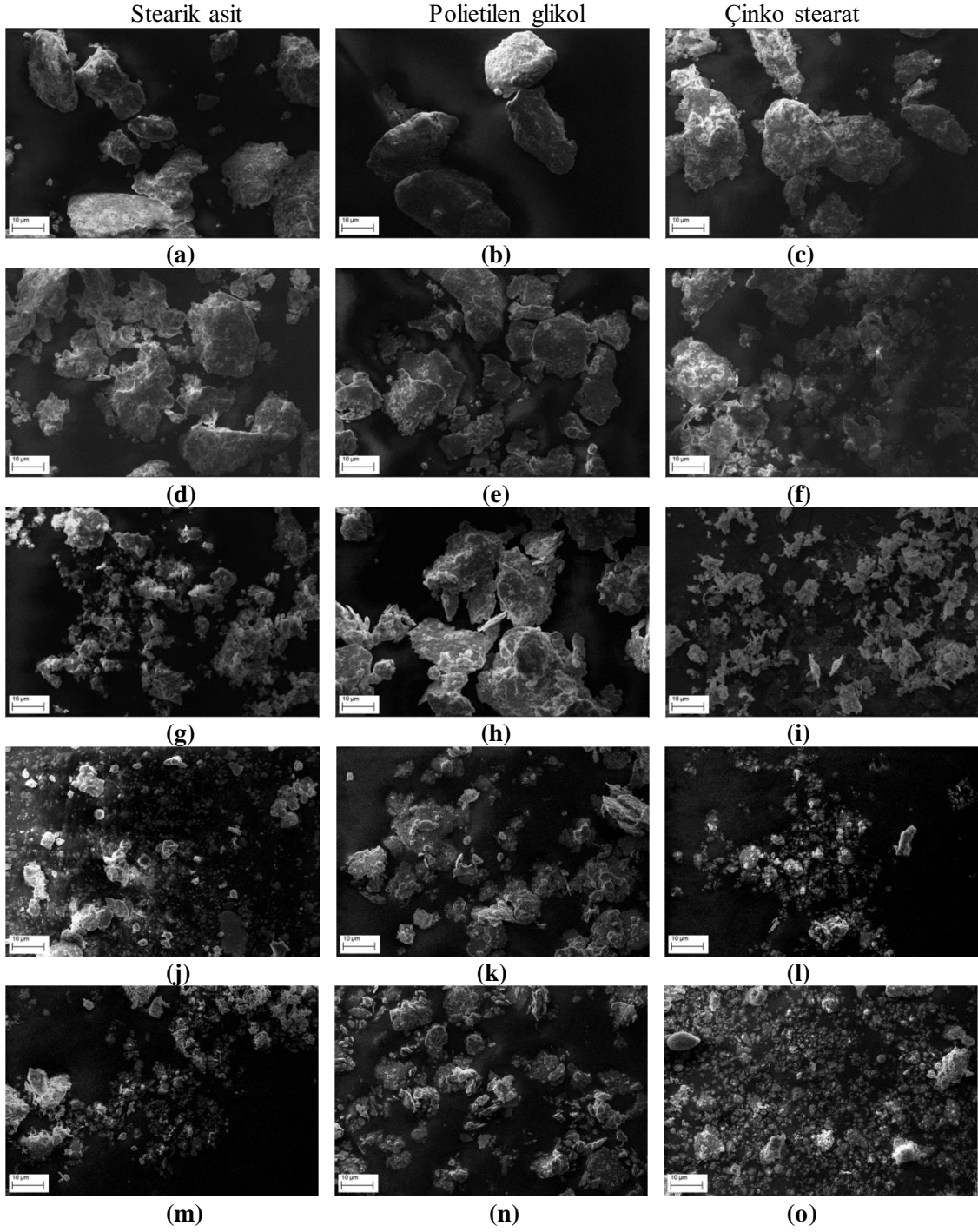
Şekil 2'de üç farklı işlem kontrol katkısı olan stearik asit, polietilen glikol ve çinko stearat kullanımına bağlı olarak WC takviyeli Cu matrisli kompozit tozun sentezlenmesinde belirli öğütme sürelerindeki ortalama toz boyutu değerleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Tablo 1 ve Şekil 2'den artan öğütme süresi ile birlikte her üç toz karışımının da ortalama toz boyutu değerlerinin genellikle azaldığı görülmektedir. On saatlik öğütme süresi sonunda elde edilen ortalama toz boyutu değerleri karşılaştırıldığında çinko stearatın polietilen glikol ve stearik asite göre daha önemli bir etki yarattığı, polietilen glikol ve stearik asitin ise söz konusu süre zarfında birbirine yakın oranda bir davranış sergilediği gözlemlenmiştir. 16 saatlik öğütme süresi sonunda özellikle çinko stearat katkılı karışımdaki boyut küçülmesi diğer katkılı numunelere göre dikkate değerdir. 16 ila 25 saatlik öğütme aralığı boyunca çinko stearat katkılı numunenin toz boyutunun yaklaşık 3 mikron seviyelerinde sabit kaldığı görülmektedir. Yine aynı öğütme aralığı sonunda stearik asit kullanımının polietilen glikol kullanımına göre çok daha etkili olduğu ve son toz boyutlarının bu iki işlem kontrol katkısı için sırasıyla 2,16 ve 4,79 µm olduğu belirlenmiştir. İşlem kontrol katkısı türü ve artan öğütme süresiyle değişen ortalama toz boyutu değerleri dikkate alındığında optimum performansın stearik asit kullanımında elde edildiği görülürken, polietilen glikol kullanımında en düşük öğütme veriminin kaydedildiği tespit edilmiştir.



Şekil 2:

Farklı işlem kontrol katkılarının Cu/25WC toz karışımının ortalama toz boyutuna etkisi

Üç farklı işlem kontrol katkısı kullanımına bağlı olarak 2, 4, 10, 16 ve 25 saatlik öğütme süreleri sonunda WC takviyeli Cu matrisli kompozit tozun sentezindeki morfolojik değişimleri gösteren SEM görüntüleri Şekil 3'te verilmiştir. Başlangıç toz boyutu (28,89 µm) ile karşılaştırıldığında her üç numunede de ilk 2 saatlik öğütme sonunda pulsu yapıların (Şekil 3a-c) oluşmasıyla birlikte toz boyutlarında artış gözlenmiştir. Bu artış özellikle polietilen glikol katkılı toz karışımında daha belirgindir (Şekil 3b). Ayrıca öğütme işleminin ilk aşamalarında yeterli derecede homojenliğin sağlanamaması ile birlikte toz boyutu değerlerinde bir miktar dalgalanmalar gözlemlenebilmektedir (Bıyık ve Aydın, 2015). 2 ila 4 saatlik öğütme aralığında stearik asit (Şekil 3d) ve polietilen glikol (Şekil 3e) katkılı numunelerde soğuk kaynak eğilimindeki kademeli azalma sonucunda toz boyutlarında bir miktar azalma kaydedilirken çinko stearat (Şekil 3f) katkılı numunede bunun tersi bir durumla karşılaşmıştır (Tablo 1). İşlem kontrol katkılarının kullanımı özellikle 10 saatlik öğütme süresi sonunda etkisini göstermiştir (Şekil 3g-i) ve polietilen glikol, stearik asit ve çinko stearat kullanımı ile birlikte toz boyutu değerleri sırasıyla 16,54, 12,90 ve 10,23 µm seviyelerine gerilemiştir. Kırılmanın soğuk kaynağa göre daha baskın hale gelmesi ve bunun sonucunda da pulsu yapılarıdaki azalma özellikle 4 saatlik öğütme süresinden sonra başlamıştır. Pulsu yapılarıdaki azalma özellikle stearik asit (Şekil 3g) ve çinko stearat (Şekil 3i) katkılarının kullanımında dikkate değerdir. 10 ila 16 saatlik öğütme aralığında stearik asit (Şekil 3j) ve polietilen glikol (Şekil 3k) katkılı numunelerin toz boyutlarında birbirine yakın bir azalma gözlemlenirken (Tablo 1), söz konusu aralık boyunca çinko stearat kullanımının diğer iki numuneye göre çok daha etkili olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3l). Ancak 16 saatten sonra çinko stearat katkılı numunede belirgin bir değişim gözlemlenmemiştir (Şekil 3o). 16 ve 25 saatlik öğütme süreleri sonunda Tablo 1'deki toz boyutu değerlerinin sırasıyla 3,47 ve 3,29 µm olması da SEM görüntülerini destekler niteliktedir. Öte yandan, stearik asit ve polietilen glikol kullanımı ile toz boyutu değerlerindeki azalma 25 saat sonuna kadar devam etmiştir (Şekil 3m ve n). Polietilen glikolün stearik asit ve çinko stearata göre daha düşük öğütme verimi sağladığı belirlenmiştir.



Şekil 3:

Farklı işlem kontrol katkılarının Cu/25WC toz morfolojisine etkisi; a-b-c. 2 d-e-f. 4 g-h-i. 10 j-k-l. 16 ve m-n-o. 25 saatlik öğütme süresi

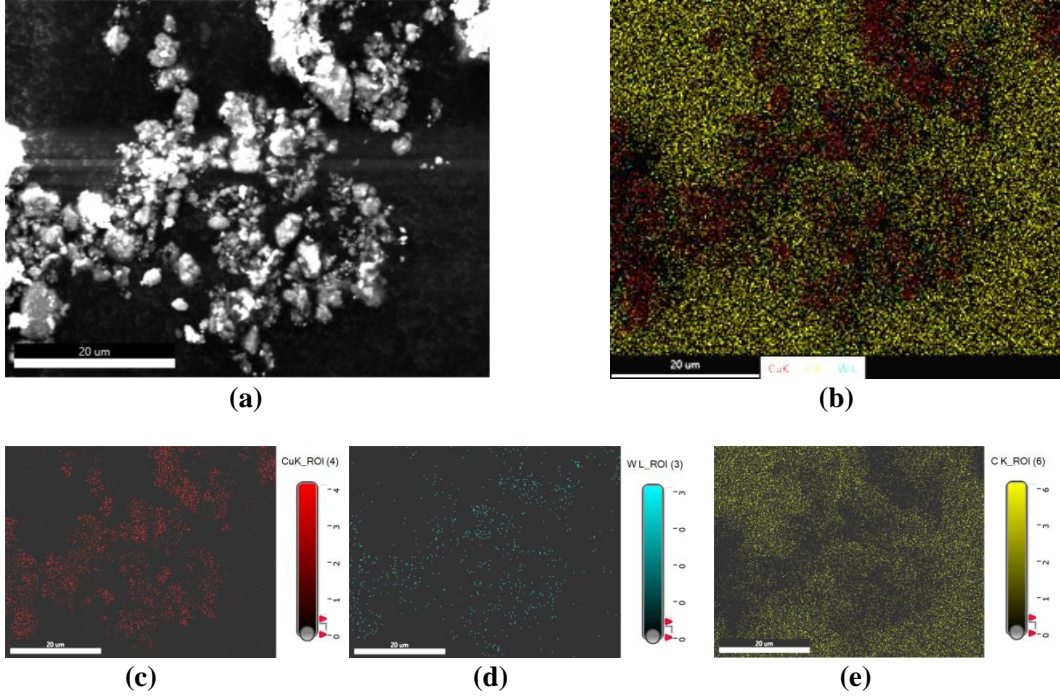
Kompozit toz sentezi boyunca toz morfolojisinde görülen bu değişimler, kullanılan işlem kontrol katkısının türünden bağımsız olarak sırasıyla plastik deformasyon, soğuk kaynak, kırılma ve tekrar kaynak mekanizmalarından kaynaklanmaktadır. Ancak burada işlem kontrol katkısı türünün önem arz ettiği husus, bu mekanizmalar arası geçişi ne kadar etkin sağlayabildiği ile ilişkilidir. Ayrıca, kullanılan işlem kontrol katkısı sadece toz boyutunun düşürülmesinde etkili olmayıp aynı zamanda topaklanmanın giderilmesi ve istenilen tane boyut dağılımının

sağlanmasında da aktif rol oynamaktadır. Örneğin, dört farklı işlem kontrol katkısının (ağırlıkça %2 oranında metanol, etanol, stearik asit ve çinko stearat) AA2024-bor karbür içerikli kompozit toz sentezine etkilerinin incelendiği bir çalışmada, 5 saatlik öğütme sonunda en düşük toz boyutu metanol içerikli numuneden elde edilirken en üniform boyut dağılımının ise stearik asit kullanımıyla sağlandığı tespit edilmiştir (Tunç ve diğ., 2024). Şekil 3h’de PEG kullanımıyla 10 saatlik öğütme sonunda bile plastik deformasyon mekanizmasının devam ettiği görülmektedir. Bu durum da esasında toz morfolojisinde değişime yol açmaktadır. Aynı süre zarfında diğer işlem kontrol katkılarının kullanımında ise soğuk kaynak sonrası kırılma mekanizması ile boyut küçülmesi gözlenmiştir (Şekil 3g ve i). 25 saatlik öğütme sonunda çinko stearat katkılı numunede bazı toz parçacıklarının tekrar kaynağa maruz kaldığı ve bu durumun da toz boyutunun düşürülmesine engel teşkil ettiği görülmektedir (Şekil 3o). PEG katkılı numunede öğütme verimi diğerlerine nazaran daha düşük seviyelerde kalmıştır (Şekil 3n). Oysa stearik asit katkısının sürekli kırılma etkisiyle toz boyutunun minimal seviyeye düşmesine yardımcı olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 3m). Bu durum, toz parçacıklarının yüzeylerinde absorbe edilen stearik asitin, toz partiküllerinin öğütme kabı yüzeylerine adezyonunu azaltması veya sınırlandırması ile açıklanabilir. Ayrıca, moleküler yapılarındaki farklılıklarından dolayı tozlarla etkileşime geçen işlem kontrol katkılarının, koruyucu bir bariyer oluşturarak aglomerasyon veya toz toplanmasını da kısıtlayıcı bir rol üstlendiği bilinmektedir (Kaykılarli ve diğ., 2024). İşlem kontrol katkısı olarak % 1 oranında stearik asit içeren Cu/3Y₂O₃ kompozitinin sentezlendiği başka bir çalışmada ise stearik asitin tozlar üzerinde yağlayıcı bir film oluşturarak öğütme esnasında sürtünmeyi azalttığı ve toz partikülleri arasındaki adezyonu önlediği rapor edilmiştir (Ma ve diğ., 2024). Böylece tozların bilye-toz-bilye çarpışmaları etkisiyle boyut büyümesi sergilemesi engellenmiştir. Ayrıca, Cu tozları arasındaki yapışma da %1 oranında stearik asit katkısıyla giderilmiştir.

Tablo 1’deki toz boyut değerleri ve Şekil 3’teki SEM görüntülerinin birlikte değerlendirilmesi sonucunda, öğütme işleminin ilk evrelerinde görülen pulsu yapının 10 saatlik öğütme süresi sonunda, kırılmanın da etkisiyle birlikte düzensiz morfolojiye evrildiği görülmüştür. Öğütme süresinin 25 saate çıkmasıyla birlikte kırılma ve soğuk kaynak etkileşiminde denge sağlanmıştır. Bunun neticesinde elde edilen eş eksenli morfoloji, kararlı hale erişildiğini göstermektedir. İşlem kontrol katkısı olarak polietilen glikol, çinko stearat ve stearik asit kullanılması ile 25 saatlik öğütme süresi sonunda sentezlenen Cu/25WC kompozit toz boyutu değerleri sırasıyla 4,79, 3,29 ve 2,16 mikron olarak ölçülmüştür. Bu değerlerin karşılaştırılması sonucunda Cu/25WC kompozit toz sentezinde %2’lik işlem kontrol katkısı için en uygun seçimin stearik asit olduğu tespit edilmiştir.

Ayrıca optimum performans sergileyen stearik asit katkılı Cu/25WC kompozit tozunun elementsel dağılımının ve homojenliğinin değerlendirilmesi amacıyla sentezlenen toz numunesi üzerinden EDS haritalama yapılmıştır. İlgili analiz raporu Şekil 4’te verilmiştir. Burada Şekil 4a EDS haritalama yapılan bölgenin SEM görüntüsünü, Şekil 4b ise EDS haritalama sonucunu temsil etmektedir. Ayrıca bakır, tungsten ve karbon elementlerinin dağılımları da ayrı ayrı Şekil 4c, d ve e’de gösterilmiştir. Bu görüntülerde Cu, W ve C elementleri sırasıyla kırmızı, turkuaz ve sarı renkleriyle belirtilmiştir. Buna göre Şekil 4b’den 25 saatlik öğütme sonrası Cu içerisinde W ve C elementlerinin homojen dağılımı sergilediği görülmektedir.

Mekanik alaşımlama yöntemi ile sentezlenen Cu/25WC kompozit tozunun elektrik kontak malzemesi olarak kullanılması düşünülmektedir. Bu nedenle elektrik kontak malzemelerinin homojenliğinin yanında elektriksel iletkenliği ve saflığı da son derece önemlidir. Saflığın olumsuz etkilenmemesi için çok uzun sürelerde öğütme yapılması tavsiye edilmemektedir. Aksi halde öğütme ortamında safsızlık ve kirlilik oluşması kaçınılmazdır. Bu bilgilerin ışığında ve toz boyutu eğrilerinin yorumlanması ile 25 saatlik öğütmenin kompozit toz üretimi için yeterli olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4:

25 saatlik öğütme sonucu sentezlenen stearik asit katkılı Cu/25WC kompozit tozunun EDS haritalama metodu ile elde edilen görüntüleri; a. EDS haritalama yapılan bölgenin SEM görüntüsü b. EDS haritalama sonucu c. Cu element dağılımı d. W element dağılımı ve e. C element dağılımı

4. SONUÇ

Bu çalışmada, mekanik alaşımlama yönteminde üç farklı işlem kontrol katkısı olan stearik asit, polietilen glikol ve çinko stearat kullanımının Cu/25WC kompozit toz sentezine etkileri araştırılmıştır. Her üç toz numunesi için genel eğilim öğütme süresinin ilk aşamaları hariç olmak üzere, artan öğütme süresi ile birlikte toz boyutu değerlerinin kademeli olarak azaldığı yönündedir. Polietilen glikol kullanımında öğütme verimi diğer katkılara kıyasla daha düşük seviyelerde iken çinko stearatın özellikle 16 saate kadar etkili olduğu gözlemlenmiştir. İşlem kontrol katkısı cinsi ve 25 saatlik öğütme süresi sonundaki ortalama toz boyutu değerlerinin karşılaştırılması sonucunda Cu/25WC kompozit toz sentezi için %2'lik ağırlık oranında en etkili işlem kontrol katkısının stearik asit olduğu tespit edilmiştir.

ÇIKAR ÇATIŞMASI

Yazar, bilinen herhangi bir çıkar çatışması veya herhangi bir kurum/kuruluş ya da kişi ile ortak çıkar bulunmadığını onaylamaktadır.

YAZAR KATKISI

Serkan BIYIK; çalışmanın kavramsal ve tasarımsal süreçlerinin belirlenmesi ve yönetimi, deneylerin yapılması, sonuçların analizi ve yorumlanması ve makalenin yazılması aşamalarını tek yazar olarak gerçekleştirmiştir.

KAYNAKLAR

1. Bıyık, S. (2019a) Effect of cubic and hexagonal boron nitride additions on the synthesis of Ag-SnO₂ electrical contact material, *Journal of Nanoelectronics and Optoelectronics*, 14(7), 1010-1015. doi:10.1166/jno.2019.2592
2. Bıyık, S. (2019b) Influence of type of process control agent on the synthesis of Ag₈ZnO composite powder, *Acta Physica Polonica A*, 135(4), 778-781. doi:10.12693/aphyspola.135.778
3. Bıyık, S. (2019c) Cu₂₅W kompozit tozunun bilyeli öğütme yöntemiyle üretimine farklı işlem kontrol katkılarının etkisinin incelenmesi, *Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 9(2), 222-228. doi:10.17714/gumusfenbil.426995
4. Bıyık, S. (2018a) Effect of reinforcement ratio on physical and mechanical properties of Cu-W composites synthesized by ball milling, *Materials Focus*, 7(4), 535-541. doi:10.1166/mat.2018.1513
5. Bıyık, S. (2018b) Effect of polyethylene glycol on the mechanical alloying behavior of Cu-W electrical contact material, *Acta Physica Polonica A*, 134(1), 208-212. doi:10.12693/aphyspola.134.208
6. Bıyık, S. (2017) Characterization of nanocrystalline Cu₂₅Mo electrical contact material synthesized via ball milling, *Acta Physica Polonica A*, 132(3), 886-888. doi:10.12693/aphyspola.132.886
7. Bıyık, S. ve Aydın, M. (2017a) Fabrication and arc-erosion behavior of Ag₈SnO₂ electrical contact materials under inductive loads, *Acta Physica Polonica A*, 131(3), 339-342. doi:10.12693/aphyspola.131.339
8. Bıyık, S. ve Aydın, M. (2017b) Optimization of mechanical alloying parameters of Cu₂₅W electrical contact material, *Acta Physica Polonica A*, 132(3), 909-912. doi:10.12693/aphyspola.132.909
9. Bıyık, S. ve Aydın, M. (2016) Investigation of the effect of different current loads on the arc-erosion performance of electrical contacts, *Acta Physica Polonica A*, 129(4), 656-660. doi:10.12693/aphyspola.129.656
10. Bıyık, S., Arslan, F. ve Aydın, M. (2015) Arc-erosion behavior of boric oxide-reinforced silver-based electrical contact materials produced by mechanical alloying, *Journal of Electronic Materials*, 44(1), 457-466. doi:10.1007/s11664-014-3399-4
11. Bıyık, S. ve Aydın, M. (2015) The effect of milling speed on particle size and morphology of Cu₂₅W composite powder, *Acta Physica Polonica A*, 127(4), 1255-1260. doi:10.12693/aphyspola.127.1255
12. Canakci, A., Varol, T. ve Ozsahin, S. (2013) Analysis of the effect of a new process control agent technique on the mechanical milling process using a neural network model: measurement and modeling, *Measurement*, 46(6), 1818-1827. doi:10.1016/j.measurement.2013.02.005
13. Canakci, A., Ozsahin, S. ve Varol, T. (2012a) Modeling the influence of a process control agent on the properties of metal matrix composite powders using artificial neural networks, *Powder Technology*, 228, 26-35. doi:10.1016/j.powtec.2012.04.045
14. Canakci, A., Varol, T. ve Nazik, C. (2012b) Effects of amount of methanol on characteristics of mechanically alloyed Al-Al₂O₃ composite powders, *Materials Technology*, 27(4), 320-327. doi:10.1179/1753555712Y.0000000014

15. Guo, X.H., Duan, K.Y., Wang, X., Song, K.X., Zhang, X.F. ve Li, K. (2023) Thermal and arc erosion behavior of CuCr contact material based on large plastic deformation treatment, *Journal of Materials Research and Technology*, 23, 348-358. doi:10.1016/j.jmrt.2023.01.011
16. Guzmán, D., González, F., Muranda, D., Aguilar, C., Guzmán, A., Soliz, Á., Lozada, L., Iturriza, I. ve Castro, F. (2023) Fabrication and arc erosion behavior of Ag-SnO₂-ZnO electrical contact materials, *Materials*, 16(10), 3618. doi:10.3390/ma16103618
17. Güler, O., Varol, T., Alver, Ü. ve Bıyık, S. (2021) The wear and arc erosion behavior of novel copper based functionally graded electrical contact materials fabricated by hot pressing assisted electroless plating, *Advanced Powder Technology*, 32, 2873-2890. doi:10.1016/j.appt.2021.05.053
18. Kaykilarli, C., Uzunsoy, D. ve Aygül Yeprem, H. (2024) Role of process control agent in the production of Al₂O₃-reinforced titanium matrix composites, *Ceramics International*, 50(9), 16452-16462. doi:10.1016/j.ceramint.2024.02.130
19. Kiryukhantsev-Korneev, P., Sytchenko, A., Moskovskikh, D., Kuskov, K., Volkova, L., Poliakov, M., Pogozhev, Y., Yudin, S., Yakushko, E. ve Nepapushev, A. (2023) Hard wear-resistant Ti-Si-C coatings for Cu-Cr electrical contacts, *Materials*, 16(3), 936. doi:10.3390/ma16030936
20. Kumar, S.P., Parameshwaran, R., Kumar, S.A., Nathiya, S. ve Heenalisha, K. (2020) Electrical and mechanical studies on pure-silver coated aluminium based electrical contact materials, *Materials Today-Proceedings*, 33, 3621-3625. doi:10.1016/j.matpr.2020.05.666
21. Li, H.Y., Wang, X.H., Hu, Z.D. ve Qiu, Y.R. (2020a) Effect of Ni addition on the arc-erosion behavior of Ag-4 wt.%SnO₂ electrical contact material, *Journal of Alloys and Compounds*, 829, 154487. doi:10.1016/j.jallcom.2020.154487
22. Li, H.Y., Wang, X.H., Hu, Z.D. ve Guo, X.H. (2020b) Investigation on arc behavior of AgNi electrical contact material with three-dimensional network structure, *Vacuum*, 175, 109290. doi:10.1016/j.vacuum.2020.109290
23. Li, H.Y., Wang, X.H., Liang, Y., Hu, Z.D. ve Guo, X.H. (2020c) Fabrication and characterization of Ag-4wt.%TiB₂-4wt.%Ni contact materials utilizing coarse and ultrafine Ag powders, *Vacuum*, 182, 109756. doi:10.1016/j.vacuum.2020.109756
24. Li, H.Y., Wang, X.H., Fei, Y., Zhang, H., Liu, J.T., Li, Z. ve Qiu, Y.R. (2021) Effect of electric load characteristics on the arc erosion behavior of Ag-8wt.%Ni electrical contact material prepared by spark plasma sintering, *Sensors and Actuators A-Physical*, 326, 112718. doi:10.1016/j.sna.2021.112718
25. Liang, S., Li, Y., Zhang, Y., Zhou, M., Liu, S., Li, X., Geng, Y., Tian, B., Jia, Y., Liu, Y., Volinsky, A.A. (2023) Mechanical and electrical properties of Cu₃₀Cr_{0.2}Zr composites enhanced by CeO₂/GO, *Journal of Alloys and Compounds*, 934, 167759. doi:10.1016/j.jallcom.2022.167759
26. Liu, S., Lu, P., Guan, J., Zhang, F. ve Hong, J. (2023) A new TiBN conductive ceramic powder and its application in copper-based electrical contact materials, *Ceramics International*, 49(15), 26084-26094. doi:10.1016/j.ceramint.2023.05.163
27. Liu, Y., Wang, X., Li, H., Lu, J., Wang, Z. ve Zhou, C. (2021) Enhancing properties of AgTiB₂ contact material by CuO semi-coated TiB₂ composite particles, *Materials Letters*, 293, 129703. doi:10.1016/j.matlet.2021.129703

28. Lungu, M.V. ve Barbu, A. (2022) Graphene and its derivative reinforced tungsten-copper composites for electrical contact applications: A review, *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 41(15-16), 624-636. doi:10.1177/07316844211063869
29. Ma, M., Wang, Z., Yuan, Z., Wang, J., Du, D., Chang, Y., Ma, J. ve Ou, D. (2023) Revealing the crucial role of skeleton restructuring on erosion dispersion of Ag-CuO contact materials, *Applied Surface Science*, 611, 155676. doi:10.1016/j.apsusc.2022.155676
30. Ma, B., Ding, H., Jiang, F., Hishinuma, Y., Luo, L., Zhang, Y., Wang, J., Sheng, X., Noto, H., Liu, J., Shi, J., Muroga, T. ve Wu, Y. (2024) Effect of process control agent on the synthesis of Cu-Y₂O₃ by mechanical alloying, *Nuclear Materials and Energy*, 38, 101599. doi:10.1016/j.nme.2024.101599
31. Mohandoss, T. ve Robert, F. (2023) Investigation of relay electrical contact failure using SEM and surface composition extraction with EDS and XRD, *Iranian Journal of Science and Technology-Transactions of Electrical Engineering*, 47(3), 803-812. doi:10.1007/s40998-022-00586-2
32. Mu, C.F., Shen, T., Yang, H., Chen, X., Qi, G.X. ve Wu, X.H. (2022) Investigation of the microstructure and electrical performance of Ag/SnO₂In₂O₃ contacts with nickel addition fabricated by internal oxidation, *Journal of Electronic Materials*, 51(9), 4918-4937. doi:10.1007/s11664-022-09717-1
33. Pang, Y., Miao, X., Zhang, Q., Chen, Z., Hao, L., Zhong, J. ve Liang, S. (2023) Effect of graphene on the high-energy arc erosion performance of the W-Cu composite, *Vacuum*, 210, 111827. doi:10.1016/j.vacuum.2023.111827
34. Suryanarayana, C. (2004) *Mechanical Alloying and Milling*, CRC Press, Boca Raton, FL.
35. Tunc, S.A., Canakci, A., Karabacak, A.H., Celebi, M. ve Turkmen, M. (2024) Effect of different PCA types on morphology, physical, thermal and mechanical properties of AA2024-B₄C composites, *Powder Technology*, 434, 119373. doi: 10.1016/j.powtec.2024.119373
36. Wang, H.T., Zheng, S.Q. ve Zhang, M. (2022) Study on the improvement of the performance of AgSnO₂ contact material for low-voltage electrical apparatus with additive particle size, *IEEE Transactions on Electrical and Electronic Engineering*, 17(10), 1388-1395. doi:10.1002/tee.23649
37. Wang, H., Wang, Y., Wang, J., Cai, Q. ve Hu, D. (2023) Enhancement of arc erosion resistance in AgCuO electrical contact materials through rare earth element doping: first-principles and experimental studies, *International Journal of Molecular Sciences*, 24(16), 12627. doi:10.3390/ijms241612627
38. Zhang, J., Mu, C., Shen, T. ve Qi, G. (2023) Study on the milling processes and sintering properties of Ag/SnO₂ electrical contact material with different micro-structured SnO₂ powders, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 106, 444-454. doi:10.1007/s10971-022-05930-w