



**İjlal Şimşek, Musa Yıldırım, Tansel Tunçay,
Dursun Özyürek, Doğan Şimşek**

Karabük University, Karabük-Turkey
ijlalispir@karabuk.edu.tr; musayildirim@karabuk.edu.tr;
tanseltuncay@karabuk.edu.tr; dozyurek@karabuk.edu.tr;
dsimsek@beu.edu.tr

DOI	http://dx.doi.org/10.12739/NWSA.2018.13.2.2A0146	
ORCID ID	0000-0001-6542-8567	0000-0002-2464-1182
	0000-0002-7762-8504	0000-0002-8326-9982
	0000-0001-8339-9704	
CORRESPONDING AUTHOR	İjlal Şimşek	

MEKANİK ALAŞIMLAMA/ÖĞÜTME YÖNTEMİ İLE ÜRETİLEN Al-SiC KOMPOZİTLERİN İNCELENMESİ

ÖZ

Bu çalışmada, mekanik öğütme yöntemiyle üretilen Al-bazlı kompozit malzemelerin üretiminde farklı miktarlarda ilave edilen SiC ve öğütme süresinin mikroyapı, yoğunluk ve sertlik üzerine etkisi incelenmiştir. Çalışma kapsamında, alüminyum matrisine farklı miktarlarda (%5, %10, %15 ve %20) SiC ilave edilerek 4 farklı sürede (30, 60, 90, 120 dakika) mekanik öğütülmüştür. Atritör tipi mekanik alaşımlama cihazında öğütme elemanı olarak 6mm çapında çelik bilya, 750 devir/dakika'lık öğütme hızı, 10:1 bilya-toz oranı, işlem kontrol kimyasalı olarak %2 stearik asit kullanılmıştır. Kompozit tozların üretimi argon ortamında yapılmıştır. Üretilen kompozit tozlar tarama elektron mikroskopu, EDS analizleri, optik mikroskop ve toz boyut analizörü kullanılarak karakterize edilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda, ilave edilen SiC miktarı ve öğütme süresi arttıkça toz boyutunda azalma görülürken, sertlik değerlerinde artış görülmektedir. Bununla birlikte ilave edilen SiC miktarı arttıkça da yoğunlukta artış görülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Alüminyum Kompozit, Mekanik Öğütme, Toz Metalürjisi, Atritör, SiC

AN INVESTIGATION OF Al-SiC COMPOSITES PRODUCED BY MECHANICAL ALLOYING/MECHANICAL MILLING METHOD

ABSTRACT

In this study, the effects of different amount of SiC content and different milling time on the microstructure, density and hardness of Al based composites were investigated. In the scope of the study, four different amount of SiC (5%, 10%, 15%, 20%) were added into Al and mechanical milled four different time (30 min, 60 min, 90 min, 120 min). In the mechanical milling procedure, attritor type milling device was used for 750 rpm milling speed with 2% stearic acid as a process control chemical under argon atmosphere, stainless steel balls of a dimension of 6mm, ball/powder ratio of 10:1 were used. Produced powder composites were characterized by scanning electron microscope, EDS, powder size analyzer. As a result of the study, powder size was decreased and also increased hardness values with increasing amount of SiC content and milling time. In addition, density values were increased by increasing amount of SiC content.

Keywords: Aluminum Composite, Mechanical Milling, Powder Metallurgy, Attritor, SiC

How to Cite:

Şimşek, İ., Yıldırım, M., Tunçay, T., Özyürek, D. ve Şimşek, D., (2018). Mekanik Alaşımlama/Öğütme Yöntemi İle Üretilen Al-SiC Kompozitlerin İncelenmesi, Technological Applied Sciences (NWSATAS), 13(2): 165-171, DOI:10.12739/NWSA.2018.13.2.2A0146.



1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Mekanik alaşımlama/öğütme (MA/MÖ) ilk defa 1966 yılında Benjamin tarafından geliştirilen ve oksit dağılımla mukavemetlendirilmiş Ni-bazlı süper alaşımların üretiminde kullanılan bir toz metalürjisi (TM) yöntemidir [1]. MA/MÖ işleminde öğütme enerjisi, işlem kontrol kimyasalları, öğütme süresi ve öğütme sıcaklığı gibi işlem parametrelerinin yanı sıra, soğuk kaynaklanma ve kırılma gibi aşamalarda önemlidir [2 ve 3]. Bu yöntem, son yıllarda Al-bazlı kompozit malzemelerin (AKM) üretiminde oldukça başarılı olarak uygulanmaktadır [4 ve 5]. Alüminyum ve alüminyum alaşımları endüstriyel olarak oldukça fazla kullanım alanı bulan malzemelerdir. Özellikle son 20 yıldır TM ile üretilen bu malzemeler otomotiv sektöründe yaygın olarak kullanılmaya başlamıştır. Ayrıca, sadece TM ile üretilen parçalarla kalınmamış, aynı zamanda seramik takviyeli alüminyum malzemelerden üretilen parçalarda kullanılmaya başlamıştır [6 ve 7]. AKM üretiminde SiC, Al₂O₃ ve B₄C takviye elemanlarının kullanılmaya başlamasıyla çeşitli işlemlerden oluşan TM alanında önemli gelişmeler kaydedilmiştir [8]. Seramik takviye elemanları Al matris içerisine parçacık olarak ilave edildiğinden dolayı, tozlar bir araya gelerek aglomere olmakta ve yapı içerisinde homojen bir dağılım sağlanamama gibi problemler söz konusu olmaktadır [9]. Bu tür problemlerin önlenmesinde farklı yöntemler uygulanmaktadır. Bu yöntemlerden biriside amaca göre farklı tasarım değirmenlerdir [10]. MA/MÖ işleminde kullanılan değirmenler; SPEX tipi değirmenler, planeter bilyeli değirmenler, atritör, ticari değirmenler ve yeni tasarımlar olarak farklı gruplara ayrılmaktadır. Bu değirmenlerin kapasiteleri ve öğütme etkileri de birbirinden farklıdır.

2. ÇALIŞMANIN ÖNEMİ (RESEARCH SIGNIFICANCE)

Parçacık takviyeli metal matris kompozitlerin üretiminde en yaygın kullanılan yöntemlerin başında toz metalürjisi yöntemleri gelmektedir. Mekanik alaşımlama/öğütme, bir toz metalürjisi tekniği olmakla birlikte, bu proses de farklı alaşımlama/öğütme ekipmanları kullanılmaktadır. Bu nedenle, her toz öğütme değirmeninin öğütme kapasitesi ve öğütme kabiliyetleri de farklılık göstermektedir. Bu amaçla bu çalışmada, ticari saflıktaki Al-SiC seramik takviye elemanı, atritör tipi mekanik alaşımlama cihazında argon atmosferi ortamında hacim bazında farklı oranlarda ve farklı öğütme sürelerinde öğütülecektir. Böylece atritör mekanik alaşımlama cihazında SiC takviyeli AKM üretiminde farklı oranlarda ilave edilen SiC ve öğütme süresinin etkisi incelenecektir.

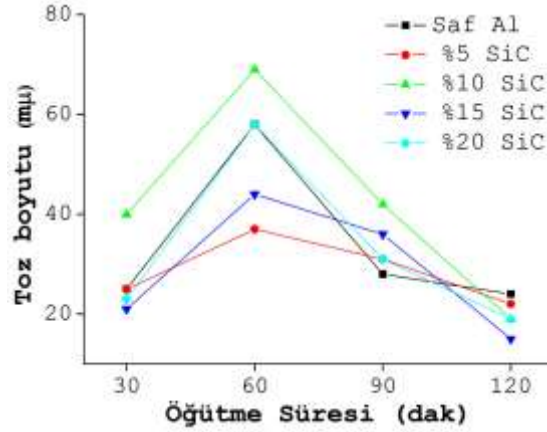
3. DENEYSEL ÇALIŞMA (EXPERIMENTAL METHOD)

Al-SiC kompozit tozların üretiminde %99.5 saflıkta ve 53µm boyutunda gaz atomize Al tozu ve 13µm boyutunda SiC tozları kullanılmıştır. Alüminyum matrise farklı miktarlarda (%5, %10, %15 ve %20) SiC ilave edilmiştir. MA/MÖ işlemi atritör tipi MA cihazı kullanılarak yapılmıştır. Atritör tipi MA cihazında 10:1 bilya-toz oranı, 6mm çapında paslanmaz çelik bilyalar, işlem kontrol kimyasalı olarak %2 stearik asit ve dört farklı öğütme süresi (30, 60, 90 ve 120 dakika) kullanılmıştır. MA/MÖ işlemi, 750 devir/dakika hızda yapılmıştır. Üretilen kompozit tozlar cihazlardan glove box içerisinde (argon altında) alınmıştır. Mekanik öğütme süresine bağlı olarak toz boyutu ve şeklinin belirlenmesi için optik ve tarama elektron mikroskop incelemeleri yapılmıştır. Bu tozlar 630MPa basınç altında soğuk preslenerek kompozit parçalar üretilmiştir. Soğuk preslenen parçalar argon ortamında 560°C sıcaklıkta 30 dakika sinterlenmiştir. Sinterlenmiş parçaların sertlik ölçümleri AFFRI universal sertlik ölçüm cihazında (HMV2) yapılmıştır. Üretilen kompozit tozların tane

boyut analizleri MALVERN MASTERSIZER-X cihazında distile su ile 5 dakika karıştırılarak lazer tekniğiyle ölçülmüştür. Sinterleme öncesi ve sinterleme sonrası yoğunluk ölçümleri ise PRECISA XB 220A marka üzerinde yoğunluk ölçüm cihazında yapılmıştır.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA (FINDINGS AND DISCUSSIONS)

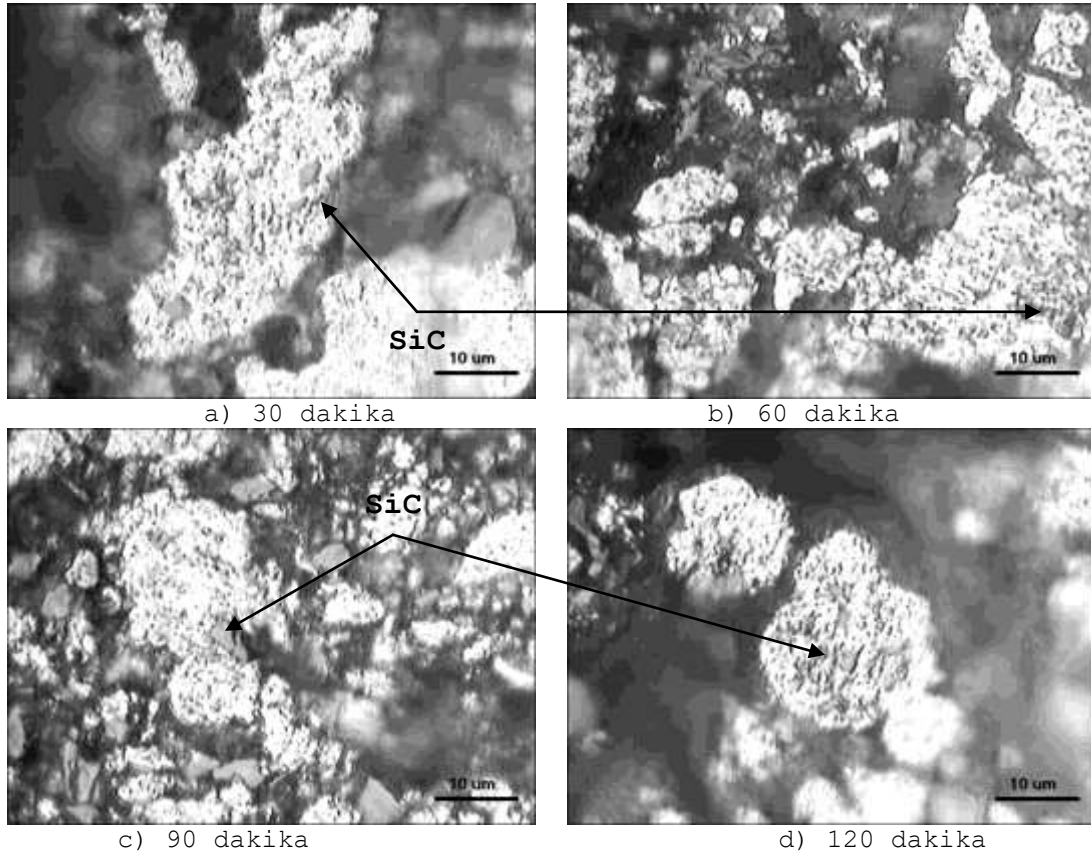
Şekil 1'de atritör tipi MA/MÖ cihazında farklı sürelerde üretilen Al-bazlı kompozit malzemelerin toz boyut dağılımları verilmiştir.



Şekil 1. Farklı sürelerde mekanik öğütülen Al-bazlı kompozit malzemelerin toz boyut dağılımı
(Figure 1. Distribution in powder size of mechanical milled Al-based composite materials at different times)

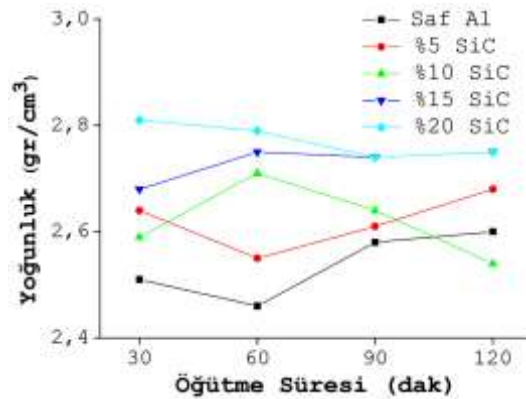
Şekil 1'de verilen toz boyutu değişimi sonuçları incelendiğinde, 60 dakika öğütme süresinde 30 dakika mekanik öğütülen kompozitlere göre toz boyutunda artış olduğu görülebilmektedir. Toz boyutundaki bu artış, mekanik öğütme işlemi sırasında meydana gelen soğuk kaynaklanmadan aşamasından dolayıdır. Bu aşamada toz parçacıkları aşırı deformasyona uğramaktadır [10]. 90 dakika mekanik öğütülen tozlarda ise soğuk kaynaklanan tozların deformasyon sertleşmesi (pekleşme) etkisi ile tekrar kırılmaya maruz kaldığı anlaşılmaktadır. Bu aşamada mekanik öğütülen kompozit tozların boyutunda azalma meydana gelmektedir. Soğuk kaynaklanma ve kırılma aşamaları 120 dakika mekanik öğütülen tozlarda devam ederek Al-bazlı kompozit malzemelerin toz boyutları hızlı bir şekilde azalma eğilimi sergilemektedir. Şekil 2'de atritör değirmende farklı sürelerde mekanik öğütülen Al+%20 SiC kompozit tozlardan alınan optik mikroskop görüntüleri verilmiştir.

Şekil 2'de 30, 60, 90 ve 120 dakika mekanik öğütme işlemi ile üretilen kompozit tozların (%20 SiC) optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, 30 dakika mekanik öğütme sonrası tozlar 60 dakika mekanik öğütülenlere göre daha kaba bir görünüm sergilediği görülmektedir. Artan mekanik öğütme süresi, matris malzemesi içerisindeki seramik takviye parçacıklarının daha homojen dağılımı sergilediği anlaşılmaktadır. Ayrıca soğuk kaynaklanma ve kırılma aşamalarından dolayı, kompozit tozların boyutu azalmaktadır.



Şekil 2. Farklı sürelerde mekanik öğütülen Al+%20 SiC kompozit malzemelerin optik mikroskop görüntüleri
(Figure 2. Optical microscope images of mechanical milled Al+20% SiC composite materials at different times)

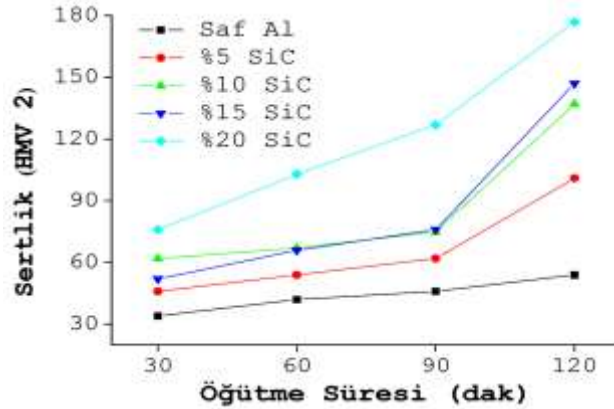
Şekil 3'de farklı sürelerde mekanik öğütülen Al-bazlı kompozit malzemelerin öğütme süresine bağlı yoğunluk değişimleri verilmiştir.



Şekil 3. Farklı sürelerde mekanik öğütülen Al-bazlı kompozit malzemelerin öğütme süresine bağlı yoğunluk değişimleri
(Figure 3. Change in density of mechanical milled Al-based composite materials at different times)

Şekil 3'de verilen yoğunluk değişimleri incelendiğinde, saf Al, %5 ve %20 SiC kompozit malzemelerin 60 dakika öğütmede yoğunluklarında düşüş görülmektedir. Soğuk kaynaklanmanın etkisiyle 90 dakika mekanik öğütme sonrasında saf Al ve %5 SiC kompozit malzemelerin yoğunlukları

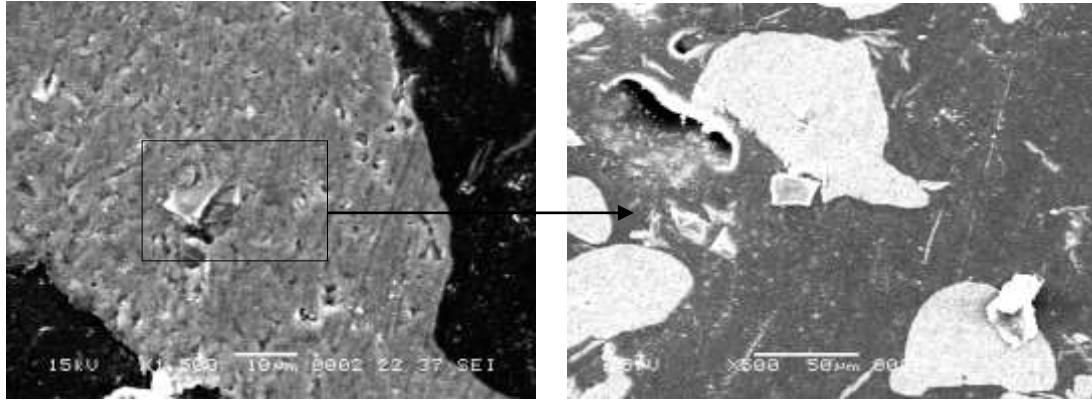
artarken, %20 SiC kompozit malzemenin yoğunluğu azalmaktadır. %10 ve %15 SiC kompozit malzemelerin 60 dakika mekanik öğütme sonrasında soğuk kaynaklanmadan dolayı yoğunluk artmaktadır. Ancak öğütme zamanının artması soğuk deformasyona bağlı olarak tozların kırılmasını sağladığı için yoğunluk giderek azalmaktadır. En yüksek yoğunluk değeri %20 SiC kompozit malzemelerde elde edilirken, en düşük yoğunluk değeri %5 SiC kompozit malzemelerde elde edilmiştir. Matris malzemeye ilave edilen SiC miktarı arttıkça, yoğunlukta artmaktadır. Şekil 4'de farklı sürelerde mekanik öğütülen Al-bazlı kompozit malzemelerin öğütme süresine bağlı sertlik değişimleri verilmektedir.



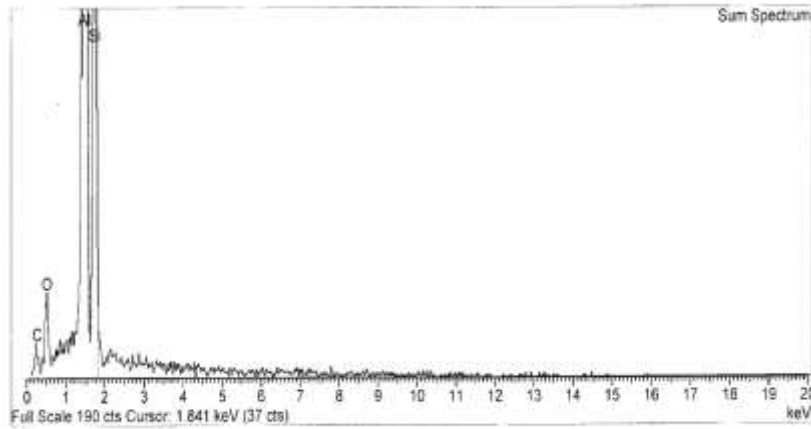
Şekil 4. Farklı sürelerde mekanik öğütülen Al-bazlı kompozitlerin öğütme süresine bağlı sertlik değişimleri.
(Figure 4. Change in hardness of mechanical milled Al-based composite materials at different times.)

Şekil 4'de verilen sertlik değişimleri incelendiğinde, alüminyum matrise ilave edilen SiC miktarı ve öğütme süresi arttıkça, üretilen kompozitlerin sertlik değerleri de artmaktadır. %20 SiC kompozit malzemelerde en düşük sertlik değeri 30 dakika öğütme sonrası 76 HV, en yüksek sertlik değeri ise 120 dakika öğütme sonrası 177 HV olarak ölçülmüştür. Şekil 6'da 120 dakika öğütme sonrası elde edilmiş %10 SiC kompozit malzemelerin SEM görüntüleri ve EDS sonuçları verilmektedir.

Şekil 5a'da verilen SEM görüntüleri incelendiğinde, matris içerisindeki SiC parçacıkları (keskin kenarlı olarak) matrise battığı anlaşılmaktadır. EDS analizinde (Şekil 5b) ise atritör değirmende mekanik öğütme yapılarak üretilen SiC takviyeli Al kompozit malzemelerde öğütme ekipmanlarından kaynaklanan bir kirlenmenin olmadığı (Fe gibi) belirlenmiştir. Fakat MA/MÖ işleminin atmosfer kontrollü ortamda (argon ortamı) yapılmasına rağmen yine bir miktar O₂ kirlenmesi meydana geldiği görülmektedir. Öğütme işlemi sırasında (öğütme kabı içerisinde) bilya-toz-bilya ve bilya-toz-öğütme kabı çarpışmaları nedeniyle tozlarda sürekli olarak temiz yüzeyler oluşmaktadır. Oluşan temiz yüzeyler ya argon içerisinde çok az miktardaki O₂ nedeniyle veya tozların değirmenlerden alınması sırasında bir miktar oksitlenmenin olduğu anlaşılmaktadır.



a)



b)

Şekil 5. 120 dakika mekanik öğütülen Al+%10 SiC kompozitlerin (a) SEM görüntüleri ve (b) EDS sonucu
(Figure 5. a)SEM images and b) EDS result of mechanical milled Al+10% SiC composite materials for 120 min)

5. SONUÇLAR (CONCLUSION)

Atritör mekanik alaşımlama cihazında SiC takviyeli AKM üretiminde farklı oranlarda ilave edilen SiC ve öğütme süresinin etkisi incelendiği bu çalışmadan elde edilen sonuçlar aşağıda belirtilmiştir.

- İlave edilen SiC miktarı ve öğütme süresi arttıkça kompozit malzemelerin tane boyutu azalmıştır.
- En yüksek yoğunluk değeri %20 SiC kompozit malzemelerde görülürken, en düşük yoğunluk değeri %5 SiC kompozit malzemelerde görülmüştür. İlave edilen SiC miktarı arttıkça yoğunlukta artış görülmüştür.
- İlave edilen SiC miktarı ve öğütme süresi arttıkça kompozit malzemelerin sertlik değerleri artmıştır. En yüksek sertlik değeri %20 SiC kompozit malzemelerde 120 dakika öğütme süresinde elde edilmiştir.
- SiC takviyeli Al kompozit malzemelerde kirlenmenin olmadığı gözlenirken bir miktar oksidasyon meydana geldiği görülmüştür.

NOT (NOTE)

Bu çalışmanın bir bölümü, 21-23 Eylül 2017 tarihinde Bayburt'ta düzenlenen "II. International Conference on Advanced Engineering Technologies (ICADET 2017)" sempozyumunda sözlü bildiri olarak sunulmuştur.



KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Benjamin, J.S., (1976). Mechanical Alloying, *Scientific American*, Volume:234, Number:5, pp:40-48.
- [2] Benjamin, J.S. and Volin, T.E., (1974). The Mechanism of Mechanical Alloying, *Metallurgical Transactions*, Volume:5, Number:8, pp:1929-1934.
- [3] Gilmann, P.S. and Nix, W.D., (1981). The Structure and Properties of Aluminium Alloys Produced by Mechanical Alloying, *Metallurgical Transactions A*, Volume:12, Number:5, pp:813-823.
- [4] Navas, E.M.R., Fogagnolo, J.B., Prieto J.M.R., Valesco, F., and Froyen, L., (2006). One Step Production of Aluminium Matrix Composite Powders by Mechanical Alloying, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Volume:37, Number:11, pp:2114-2120.
- [5] Youssef, K.M., Scattergood, R.O., Murty, K.L., and Koch, C.C., (2006). Nanocrystalline Al-Mg Alloys with Ultrahigh Strength and Good Ductility, *Scripta Materialia*, Volume:54, Number:2, pp:251-256.
- [6] Schaffer, G.B. and Huo, S.H., (2000). On Development 7xxx Series Aluminium Alloys, *Powder Metallurgy*, Volume:42, Number:3, pp:219-226.
- [7] Cambroner, L.E.G., Sanchez, E., Roman, J.M.R., and Prieto J.M.R., (2003). Mechanical Characterisation of AA7015 Aluminium Alloy Reinforced with Ceramics, *Journal of Materials Processing Technology*, Volume:143, pp:378-383.
- [8] Zhao, N., Nash, P. and Yang, X., (2005). The Effect of Mechanical Alloying on SiC Distribution and The Properties of 6061 Aluminium Composite, *Journal of Materials Processing Technology*, Volume:170, Number:3, pp:586-593.
- [9] Campbell, G.T., Raman, R., and Fields, R.J., (2016). Optimum Press and Sinter Processing for Aluminum/SiC Composites, *Aluminum Powder Metallurgy Conference*.
- [10] Suryanarayana, C., (2001). Mechanical Alloying and Milling, *Progress in Materials Science*, Volume:46, Number:1-2, pp:1-184.