


Alüminyum Matriksli Malzemelere KNT takviyesi ile geliştirilen Metal Matriksli (MMK) Kompozitlerin Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

İsmail Topcu

¹Marmara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji&Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kadıköy-İstanbul, itopcu@marmara.edu.tr, 

²Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji&Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kestel Alanya Antalya

Araştırma Makalesi

Geliş Tarihi: 01.12.2017

Kabul Tarihi: 18.09.2018

Öz

Bu çalışmada toz metalürjisi tekniği kullanılarak mekanik alaşımlama yöntemiyle AlMg tozuna takviye edilen Karbon Nanotüp (KNT) tozlarının farklı üretim şartları ve farklı sinterleme koşullarında mikroyapı yoğunluk ve sertlik özellikleri incelenmiştir. Üretilmiş olan farklı oranlardaki bu tozlar, soğuk izostatik preste 40 MPa basınç altında silindirik kompozit numuneler elde edilmiştir. Elde edilen peletler yüksek vakum ($1.2 \cdot 10^{-5}$ mbar) altında farklı (350°C , 400°C , 450°C) sıcaklıklar da 2 saat süre ile sinterlenmiştir. AlMg/KNT metal matris kompozitinin mikroyapı ve mekanik özellikleri farklı test cihazları kullanılarak incelendi. Yapılan çalışmalarda üretilmiş olan numunelerin mekanik özelliklerinin sinterleme sıcaklığı ve takviye % KNT ile değiştiği görülmektedir. Sonuç olarak artan KNT oranı ile birlikte farklı sinterleme sıcaklıklarında özellikle %2.5 KNT oranı ve 400°C de mekanik özellikler de iyileşme olduğu ayrıca bu verilerin, kompozitten AlMg mekanik davranış modlarına geçişte net bir artı değer kattığı da görülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Karbon Nanotüp, Toz Metalürjisi, Mekanik Özellikler.

Investigation of Microstructure and Mechanical Properties of Metal Matrix (MMC) Composites Developed with CNT Reinforced Aluminum Matrix Materials

İsmail Topcu

¹Marmara University, Faculty of Engineering, Metallurgical & Materials Engineering Department, Kadıköy-İstanbul, itopcu@marmara.edu.tr,

²Alanya Alaaddin Keykubat University, Faculty of Engineering, Metallurgical & Materials Engineering Department, Kestel Alanya Antalya

Abstract

In this study, the microstructure density and hardness properties of carbon nanotube (CNT) powders reinforced with AlMg powder by mechanical alloying method under different production conditions and different sintering conditions were investigated by using powder metallurgy technique. These powders in different proportions produced, cold isostatic prestressed cylindrical composite samples were obtained under a pressure of 40 MPa. The obtained pellets were sintered at different temperatures (350°C , 400°C , 450°C) for 2 hours under high vacuum ($1.2 \cdot 10^{-5}$ mbar). The microstructure and mechanical properties of the AlMg/CNT metal matrix composite were studied using different test equipment. It can be seen that the mechanical properties of the specimens produced in the studies are changed by the sintering temperature and the reinforcement % CNT. As a result, it is observed that the increased CNT ratio improves the mechanical properties especially at 2.5% CNT ratios at different sintering temperatures and at 400°C , and it also shows that these data add a clear plus to the transition from composite to AlMg mechanical behavioral modes.

Keywords: Sintering, Nano Materials, Powder Metallurgy, Mechanical Behaviour.

*Sorumlu yazar: Marmara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji&Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kadıköy-İstanbul, itopcu@marmara.edu.tr,

1. GİRİŞ

Toz metalürjisi (T/M), ince tozlu malzemelerin harmanlanması, preslenmesi daha sonra sıkıştırılmış malzemenin kontrollü bir ortamda ısıtılması (sinterleme) işlemidir. Toz metalürjisi dört temel aşamadan oluşur: toz üretimi, toz karışımı, sıkıştırma ve sinterleme.[1,2]. Tozların en önemli özelliği, yüzey alanının hacimce oranının yüksek olmasıdır ve bu nedenle kalıplama için gereken basınç da yüksek olur. Bunu elemine etmek için genellikle bir bağlayıcı eklenir ve bu şekilde çoğu toz kolayca şekillendirilir [3]. Toz numune imalatında karıştırma işleminden sonra sırası ile kalıplama (sıkıştırma) ve sinterleme prosesleri vardır. Daha yumuşak tozlar neredeyse tam yoğunluğa ulaşacak şekilde preslenebilir, ancak sert tozlarda durum farklıdır ve uygulanan baskıya direnirler [4].Toz teknolojileri mühendisler için proaktiftir, sadece kalıplama yetenekleri nedeniyle değil, tasarım seçenekleri ile farklı ürünlere uyarlanması için de elverişlidir. Genelde T / M, döküm yöntemi gibi net şekillendirme oluşturmak için birçok avantaja sahiptir ve hemen hemen tüm malzemelere uygulanabilir.[5-7].

Alüminyum, metal matris (AMMK) kompozitleri için en önemli matris malzemesidir. Al alaşımları, düşük yoğunlukları, takviye ile güçlendirilebilir özellikleri, iyi korozyon direnci, yüksek termal ve elektrik iletkenliği ve yüksek sönümlenme kapasitesi nedeniyle oldukça caziptir. Alüminyum matris kompozitler 1920'lerden beri geniş bir şekilde incelenmiştir [8,9]. Magnezyum alaşımları ve ailesi, düşük yoğunlukları, iyi mekanik özellikleri, düşük maliyeti ve metalik karakteri nedeniyle mükemmel bir alternatif olabilir. Yapılan araştırmalar sonucunda, havacılık uygulamaları için plastik ve fiber takviyeli plastiklerle rekabeti kazanacak yeni bir metalik malzemeler sınıfını teşvik edecektir [10]. Karbon Nanotüp, karbondan yapılmış, nanometre ölçeğinde bir çapa sahip olan boru şekilli bir malzemedir. Karbon Nanotüpler, uzunluk, kalınlık ve katman sayıları bakımından Tek Cidarlı Nanotüpleri (SWNT),Çok Cidarlı Nanotüpler (MWNT), Çift cidarlı Nanotüpler (DWNT) olarak sınıflandırılırlar [11].

Karbon Nanotüpleri (KNT'ler), benzersiz atom yapısı ve büyüleyici özellikleri nedeniyle araştırmaya büyük ilgi gösterdi. Elde edilen teorik ve deneysel sonuçlar bugüne kadar KNT'lerin dünyada şimdiye kadar keşfedilen en eşsiz ve çok yönlü materyal olduğunu gösteriyor [12]. İstisnai mekanik özelliklerinin yanı sıra, KNT'ler son derece yüksek en / boy oranı, mükemmel kimyasal kararlılık, üstün termal ve elektriksel özelliklere sahiptir [13].

Çoğu araştırmacı, metallerin, polimerlerinin ve seramik matris fazları kullanarak ileri KNT esaslı kompozitler geliştirmeye çalışıyor; bunların arasında Al ve Mg bir metal matris olarak yoğun ilgi görüyor [14]. Magnezyum en hafif yapısal metaldir ve bununla birlikte Karbon Nanotüp (KNT) malzeme de olağan dışı mekanik özelliklere sahip hafif takviye malzemeleridir. Birlikte, mükemmel metal matrisli kompozitler yapma potansiyeline sahiptirler [15,16].

MMK'ler geleneksel imalat teknikleri kullanılarak üretilir ve kompozit yapısının ve özelliklerinin optimizasyonu için birçok imalat tekniği geliştirilmiştir [17]. MMK'lerin en önemli parametresi, matris ve takviye malzemesi arasındaki uyumluluktur. İslanabilirliği arttırmak için, matris ile takviye arasındaki ara yüz bağı, matris alaşımlı olmalıdır. Araştırmalar, ıslanabilirlik, maliyet ve yoğunluk dikkate alındığında alüminyum ve alüminyum alaşımlarının en iyi matris malzemeleri olduğunu göstermektedir [18]. Çalışmanın amacı ve geçmişte yapılan çalışmalar arasındaki yerini alabilme potansiyelidir.

2. MALZEME VE YÖNTEM

2.1. Malzeme

Bu çalışmada alüminyum magnezyum (AlMg) ve KNT tozları kullanılmıştır. Takviye olarak ağırlıkça %2,5 -%10 arasında KNT tozları kullanılmıştır. Ana matrix malzemesi olarak Alfa Aesar, Johnson Matthey GmbH & Co. KG firması tarafından 10 µm nominal boyuta sahip atomize edilmiş (yoğunluk 2,683 g / cm³) AlMg alaşımlı tozlar kullanıldı. Takviye malzemesi olarak yine, Karbon Nanotüp (KNT) Alfa Aesar, Johnson Matthey GmbH & Co. KG firmasının ürettiği 10-30 nm boyutlarında (yoğunluk 2,41 g / cm³) parçacıklar kullanıldı.

XRD analizi yapıldı. Kullanmış olduğumuz Rigaku XRD Spektrometre cihazında 10-90 derece arasında 2 derece hassasiyetle taranarak XRD sonuçları elde edilmiştir.

2.2. KNT Takviyeli AlMg matris kompozitlerin imalatı

Kompozitlerin üretimi AlMg tozlarına sırasıyla % 2.5 , %5 ve % 10 ağırlıkça KNT ilavesiyle Trubula karıştırma cihazında 7 saat boyunca karıştırıldı. Mekanik alaşımlamanın iyi olabilmesi için taranan literatür ışığında süre optimize edilerek 7 saat karıştırma işlemi devam etti. Mekanik alaşımlama prosesinde 10 mm çapındaki paslamaz bilya kullanıldı. Toz ve karıştırıcı bilya ağırlık oranı 3: 1 ve mil devri 400 Rpm olarak belirlendi. Söz konusu proses bütün farklı toz alaşımları için tekrarlandı. Farklı kompozisyonlarda üretilen tozlar daha sonra 200 MPa altında tek eksenli presle numune imalatı gerçekleştirildi. Üretilmiş olan farklı kompozisyonlardaki 9 adet numune yatay tüp fırında yüksek vakum ortamında üç farklı sıcaklıkta (350 oC, 400 oC, 450 oC) 2 saat süreyle sinterlendi. Elde edilen bu numunelerden ilk 3'ü 3 farklı sinterleme sıcaklığına sahip % 2.5 KNT'dir. İkinci üçlü grup ise farklı sinterleme sıcaklığına sahip % 5 KNT'dir ve diğer son üçlü grupta yine 3 farklı sinterleme sıcaklığına sahip% 10 KNT'dir.

2.2.1 Yoğunluk ve mikro sertlik deneyleri

Üretilen kompozit numuneler sırası ile numaralandırılarak Arşimet yöntemi ile yoğunlukları hesaplanmıştır. Yoğunlukları hesaplanan kompozit numuneler uzunlamasına kesitlerinden sıcak kalıplama ile bakalıte alınarak

metalografik numuneler hazırlanmıştır. Hazırlanan kompozit numuneler parlatıldı.

Parlatılmış numunelerin Vickers sertlik değerleri ölçüldü. Üretilen kompozitlerin sertliği Vickers 1360 lik elmas uç ile 100 gr ağırlık kullanılarak HV (0.1) Vickers yöntemi ile yapıldı. Her örnek için test yükü 100 g ve bekleme süresi 15 saniye idi. Sertlik ölçme testinde her numune üzerinde yaklaşık olarak 10 adet ardışık ölçüm yapılmış olup nihai olarak elde edilmiş olan on sonucun ortalaması sertlik değeri olarak kabul edilmiştir. Kullanılan yöntem hem takviye malzemeleri hem de ana matris malzemelerini etkilediği için (sinterleme sonucunda matris içerisinde KNT takviyesi ile yeni karbür fazları oluştuğu için) elde edilen sertlik değeri kompozitin genel sertlik değerini vermektedir.

3.BULGULAR

DeneySEL çalışmalarda toz metalurjisi yöntemi ile AlMg tozuna farklı oranlarda takviye edilerek farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilmiş olan AlMg/KNT kompozit numunelerinin deneySEL çalışma sonuçları aşama aşama bu bölümde incelenmiştir.

T/M yöntemi ile farklı % KNT oranları ile üretilmiş olan AlMg/KNT kompozit numunelerinin teorik yoğunlukları ve farklı sinterleme sıcaklıklarında üretilen her numunenin gerçek yoğunluk değerleri bir arada Çizelge 3.1 de verilmiştir.

$$1/(\rho.c)=\omega.f/\rho.f+\omega.m/\rho.m \dots (Eq.1)$$

Burada, m, f ve c alt simgeleri, sırasıyla matris, elyaf (veya daha genel durumda takviye) ve kompozitin yoğunluklarına atıfta bulunur.

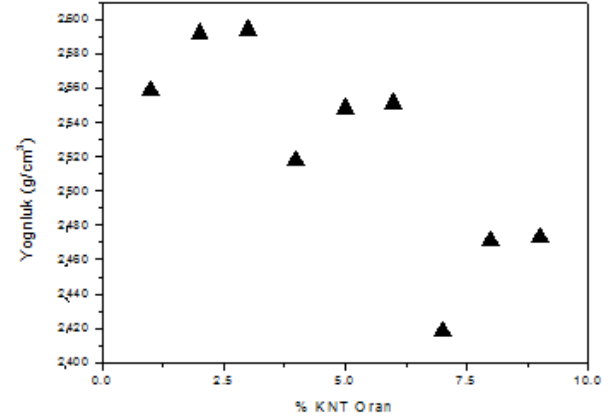
Tablo 1. AlMg/KNT kompozit Numunelerine ait yoğunluk değerleri

| Numune | Sıcaklık | Teorik yoğunluk (g/cm ³) | Gerçek yoğunluk (g/cm ³) |
|----------|----------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| %2.5 CNT | 350 °C | 2.673 | 2.559 |
| | 400 °C | | 2.592 |
| | 450 °C | | 2.594 |
| %2.5 CNT | 350 °C | 2.665 | 2.518 |
| | 400 °C | | 2.548 |
| | 450 °C | | 2.551 |
| %2.5 CNT | 350 °C | 2.653 | 2.418 |
| | 400 °C | | 2.471 |
| | 450 °C | | 2.473 |

Tablo 2. AlMg/KNT kompozit numunelerine ait sertlik ölçüm değerleri

| Numune | Sıcaklık °C | Sertlik Değeri HV(0.1) | | | | | |
|----------|-------------|------------------------|----|----|----|----|-----|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Ort |
| %2.5 CNT | 350 | 25 | 28 | 27 | 32 | 33 | 27 |
| | 400 | 42 | 47 | 39 | 46 | 51 | 45 |
| | 450 | 32 | 29 | 40 | 37 | 32 | 34 |
| %5 CNT | 350 | 32 | 38 | 37 | 28 | 30 | 33 |
| | 400 | 27 | 38 | 40 | 46 | 36 | 37 |
| | 450 | 38 | 40 | 34 | 34 | 37 | 37 |
| %10 CNT | 350 | 26 | 25 | 33 | 28 | 28 | 28 |
| | 400 | 31 | 32 | 35 | 32 | 30 | 32 |
| | 450 | 32 | 29 | 40 | 37 | 32 | 34 |

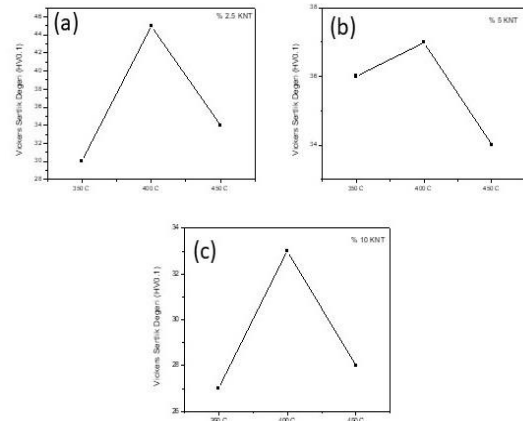
T/M ile üretilmiş olan kompozitlerin gerçek yoğunluk değerleri de Şekil 1 gösterilmiştir.



Şekil 1. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve oranlarla takviyeli AlMg/KNT kompozit numunelerin yoğunluk değişimleri

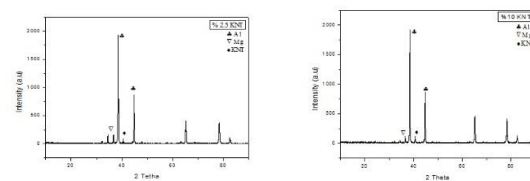
Tablo 2 de AlMg/KNT kompozitlere ait HV(0.1) yöntemi ile farklı sıcaklıklar üretilen numunelere yapılan sertlik ölçümlerinden edilen sertlik değerleri verilmiştir.

Farklı şartlar da üretim şartlarında imal edilmiş olan numunelere ait sertlik değerleri Şekil 2'de gösterilmiştir.



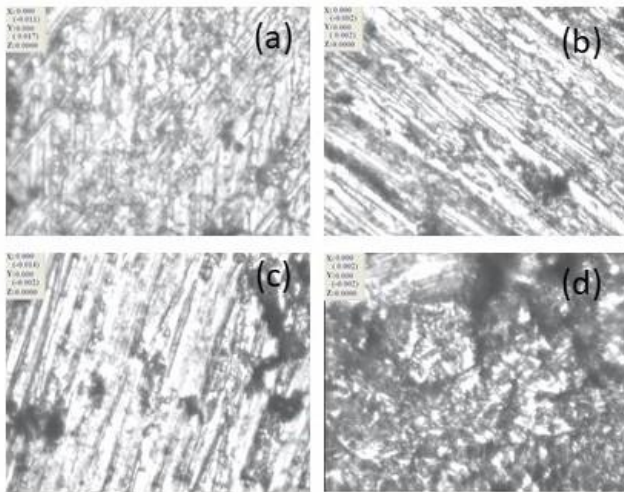
Şekil 2. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin : (a) % 2.5 KNT, (b) %5 KNT, (c) %10 KNT 'de sertlik değerleri

Farklı (%2.5-%10) KNT oranları ile takviyeli AlMg/KNT kompozit toz numunelerinin yapılmış olan xrd analizleri Şekil 3'te gösterilmiştir.



Şekil 3. %2,5 ve %10 KNT oranları ile takviyeli AlMg/KNT kompozit numunelerinin xrd gösterimi

Üç farklı KNT oranı ve üç farklı sinterleme sıcaklığı ile üretilmiş olan kompozit numunelerin optik mikroskop görüntüleri şekil 3.4'te gösterilmiştir.



Şekil 4. (a) AlMg, (b) %2,5, (c) %5 ve (d) %10 oranlarla üretilmiş AlMg/KNT kompozitlerinin X100 büyütmede mikroyapı gösterimi.

4.DEĞERLENDİRME VE SONUÇ

Bu çalışmada farklı KNT oranları ile takviye edilerek üretilmiş olan AlMg/KNT kompozit numunelerinin sertlik, yoğunluk ve metalografik özellikleri sıcaklık ve zamanın bir fonksiyonu olarak araştırılmıştır.

Mevcut çalışmanın sonuçları şu şekilde ifade edilebilir; Mikroskopik resimler, KNT parçacıklarının matriste özellikle % 2,5 KNT içeriğine sahip numunelerde homojen bir şekilde dağılmış olduğunu ve belirli bir bölgede ayrışma olmadığı görülmüştür. Fakat artan KNT oranlarına bağlı olarak heterojen bir dağılıma dönüştüğü ve belirli bölgelerde yığımlar şeklinde yapıda kaldığı gözlemlenmiştir. Yapılmış olan yoğunluk ve sertlik ölçümleri de bunu net olarak ortaya koymaktadır. Bununla birlikte, artan KNT parçacıklarının numunelerde gözenekli yapıya dönüştüğü ve KNT'nin ağırlık yüzdesinin artması kompozitin yoğunluk değerini düşürmüştür. Sinterleme sıcaklığı, bu numuneler için kompozit içeriğinden çok daha etkilidir. Deneylerde 400 °C sinterleme sıcaklığında daha yüksek ortalama sertlik değerleri elde edilmiştir. Bazı araştırmacılar (Goh, Wei, Lee ve Gupta) da, KNT / Mg kompozitlerinde benzer bir davranış türü gözlemişlerdir; burada, kompozitin süneklik artışı KNT'lerin mevcudiyetine bağlı olarak ilave kayma düzlemlerinin aktivasyonu ile ilişkilendirmiştir. Daha önce tartışıldığı gibi, mevcut durumda, KNT'leri alüminyuma eklediğimizde, kayma modunda bir geçiş beklendi. Ayrıca, XRD taramaları (Şekil 6), nanotüplerin eklenmesiyle diğer düzlemlerin yoğunluğunun arttığını göstermiştir. Bu düzlemlerdeki çapraz kayma, süneklikteki gözlemlenen artıştan sorumlu olan nanotüplerin varlığı nedeniyle aktive edilmiş olabilir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Marmara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenen (FEN-K-070317-0107) nolu araştırma projesi ile yapılmıştır.

KAYNAKÇA

- [1] Koczak, M. J.; Premkumar, M. K. ; “High Performance Powder Metallurgy Aluminum Alloys an Overview” Philadelphia , USA ,(1989)
- [2] German, R.M.; “Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing” Princeton USA ,(2005)
- [3] Turan E. “Bor – Karbür Silisyum- Karbür Kompozitlerinin Sıcak Presleme ile Elde Edilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, (2003)
- [4] H. Kwon, D.H. Park, J.F. Silvain, A. Kawasaki, Investigation of carbon nanotube reinforced aluminum matrix composite materials, Compos. Sci. Technol. 70, 546–550, (2010)
- [5] M. Ge, K. Sattler Applied Physics Letters, 64 (6), pp. 710–711, (1994)
- [6] Z.F. Ren, Z.P. Huang, J.W. Xu, D.Z. Wang, J.G. Wen, J.H.etal. Wang Applied Physics Letters, 75 (8), pp. 1086–1088 Elke Hombergsmeier, Magnesium for Aerospace Applications, (2009)
- [7] P. Nikolaev, M.J. Bronikowski, R.K. Bradley, F. Fohmund, D.T. Colbert, K.A.etal. Smith, Chemical Physics Letters, 313 (1-2), pp. 91–97 ,(1999)
- [8] Treacy MMJ, Ebbesen TW, Gibson JM. Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes. Nature; 381:678–80,(1996)
- [9] Yoshida Y, Cisar L, Kamado S, Kojima Y. Mater Trans;44:468,(2003)
- [10] Ferkel H, Mordike BL. Mater Sci Eng, A;298:193,(2001)
- [11] S. Iijima, Helical microtubules of graphitic carbon, Nature 354,56–58,(1991)
- [12] R. Pérez-Bustamante, I. Estrada-Guel, P. Amézaga-Madrid, M. Miki-Yoshida, J.M.Herrera-Ramírez, R.Martínez-Sánchez, Microstructural
- [13] characterization of Al- MWCNT composites produced by mechanical milling and hot extrusion, J Alloy.Comp. 495,399–402,(2010)
- [14] Agnew SR, Horton JA, Lillo TM, Brown DW. Scr Mater,50:377,(2004)
- [15] Kim WJ, An CW, Kim YS, Hong SI. Scr Mater,47:39,(2004)
- [16] Kim WJ, Hong SI, Kim YS, Min SH, Jeong HT, Lee JD. Acta Mater,51:3293,(2003)
- [17] Yoshida Y, Arai K, Itoh S, Kamado S, Kojima Y. Sci Technol Adv Mater,6:185, (2005)
- [18] P. Fauchais, M. Vardella, A. Vardelle, L. Bianchi, Ceram. Int. 22 , 295–303, (1996)
- [19] B.I. Yakobson, C.J. Brabec, J. Bernholc Physical Review Letters, 76 (14), pp. 2511–2514 State University, Columbus, Ohio, USA. (Doktora Tezi), (1996)