



## B<sub>4</sub>C Takviyeli Magnezyum (AZ91) Matrisli Kompozitlerin Mikroyapısal Karakterizasyonu

### Microstructural Variations In Cast B<sub>4</sub>C-Reinforced Magnesium Matrix Composites

Işıl Kerti\*<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Yıldız Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü, Davutpaşa Kampusu, 34210, Esenler, İstanbul,

**Başvuru/Received:** 01/02/2018

**Kabul/Accepted:** 05/06/2018

**Son Baskı/Final Edition:** 31/01/2019

#### Öz

B<sub>4</sub>C takviyeli Magnezyum matrisli kompozit malzemelerden beklenen yüksek sertlik, aşınma direnci ve rijitlik özelliklerinin elde edilebilmesi için B<sub>4</sub>C ile sıvı magnezyum arasındaki ıslatma sorununun giderilmesi çok önemlidir. Bu çalışmada, % 5 ve %10 B<sub>4</sub>C ile takviye edilmiş magnezyum matrisli (AZ91) kompozit malzemeler 750<sup>0</sup>C'de karıştırma döküm yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Üretilen kompozitlerin mikroyapı ve matris/takviye arayüzleri Tarama Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak, matris/takviye arasındaki reaksiyon tabakası EDS analizi ve X-ışını haritalaması ile karakterize edilmiştir. Yüksek çözünürlüğe sahip FEG-SEM ile yapılan mikroyapısal inceleme sonucunda, arayüzeyde oluşan ince tabakanın Mn-C ve Al-B bileşiklerinden oluştuğu belirlenmiştir.

#### Anahtar Kelimeler

*“Kompozit, Magnazyum, Arayüzey, Bor karbür, Karıştırma döküm, AZ91”*

#### Abstract

It is very important to overcome the wetting problem between B<sub>4</sub>C and liquid magnesium so that the high hardness, wear resistance and stiffness properties expected from B<sub>4</sub>C reinforced Mg matrix composite materials can be obtained. In the present work, Magnesium matrix (AZ91) composites reinforced with 5 and 10%(wt.) B<sub>4</sub>C<sub>P</sub> were produced by using stir casting method at 750<sup>0</sup>C. Microstructure and matrix/reinforcement interfaces of produced composites were have been characterized using scanning electron microscopy (SEM) studies. The reaction layer between matrix/reinforcement was also characterized with EDS analysis and X-ray mapping. It was found from the microstructural observations by high resolution field emission gun SEM (FEG-SEM) that the wetting improved by the formation of very thin Mn-C and Al-B reaction layers.

#### Key Words

*“Composite, Magnesium, Interface, Boron Carbide, Stir Casting, AZ91”*

## 1. GİRİŞ

Malzeme tasarımında, düşük maliyet, hafiflik, tokluk ve çevresel etki gibi kriterler, her geçen gün daha fazla önem kazanmaktadır, günümüzün geleneksel malzemeleri bu ihtiyaçların karşılanmasında yetersiz kaldığı için daha üstün özelliklere sahip kompozit malzemeler üretilmeye başlanmış ve bu konuda hızlı bir gelişme sürecine girilmiştir. Özellikle motorlu taşıt üreticilerinin yakıt tüketimini ve karbon emisyonunu düşürmeyi hedeflemeleri nedeniyle, taşıt araçlarında kompozit malzemeler kullanımı, sahip oldukları yüksek mukavemet/hafiflik oranı nedeniyle geleneksel malzemelere göre daha önemli hale gelmiştir. (Tokaji, K., (2005), Lopez, V.H. ve arkadaşları (2003)).

Metal matrisli kompozitlerde (MMK) SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>4</sub>C, TiC ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> gibi malzemeler takviye malzemesi olarak kullanılmaktadır (Shorowordi, K. M. ve arkadaşları (2003), Rajan, T. P. D. ve arkadaşları (1998), Kerti, I., (2005)). Metallerin süneklik ve tokluk, seramiklerin yüksek mukavemet ve yüksek elastik modülü özelliklerinin birleştirilmeleri neticesinde son derece önemli mühendislik malzemeleri olan MMK'ler ortaya çıkmaktadır (Özdin, K., (2006), Toptan, F., (2011)). Geçiş metallerinin karbürlerinin, borürlerinin ve nitürlerinin ıslatılabilirliklerinin, kovalent ve iyonik bağlı seramiklere göre daha yüksek olduğu bilinmektedir (Kennedy, A.R., Karantzalis, A.E., (1999)).

B<sub>4</sub>C sahip olduğu yüksek rijitlik ve sertlik, yüksek darbe ve aşınma direnci, yüksek ergime sıcaklığı, yüksek kimyasal direnç, üstün mekanik ve fiziksel özellikleri sayesinde MMK ler için cazip bir takviye malzemesidir (Zhang, H. ve arkadaşları (2004), Aizenshtein, M. ve arkadaşları, (2005), Jung, J., Kang, S., (2004), Zhu, X. Ve arkadaşları (2008), Shrestha, N.K. ve arkadaşları (2005), Khan, K.B., Kutty, T.R.G., Surappa, M.K., (2006)). Ancak, B<sub>4</sub>C tozlarının maliyetinin, SiC veya Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi takviye malzemelerine göre daha yüksek olması, B<sub>4</sub>C takviyeli MMK'ler üzerinde yapılan araştırmaların kısmen sınırlı kalmasına yol açmaktadır.

Magnezyum ve alaşımları günümüzde modern hafif yapılar için önemli bir malzeme olarak kabul edilmektedir. Magnezyumun 1,7 g/cm<sup>3</sup>'lük düşük yoğunluğu ile alüminyumla hemen hemen aynı dayanım değerine sahip olmasına rağmen ağırlık olarak alüminyumdan %36, demirden %78 daha hafiftir. Bu nedenle magnezyum matrisli kompozitler (Mg-MMK) düşük yoğunluk ve yüksek dayanımları sayesinde özellikle ağırlık tasarrufu gerektiren otomotiv ve havacılık uygulamaları için cazip hale gelmektedir (Atalay O., (2006)).

Günümüzde, sağladığı birçok avantaj ile kullanım alanları giderek artan magnezyum esaslı kompozit malzemeler, ticari saflıktaki magnezyum ve magnezyum alaşımlarından daha yüksek mekanik özelliklere sahiptir (Demir, A., (2006)). Magnezyumun düşük elastite modülü ve artan sıcaklıkla azalan dayanımı kullanımını sınırlarken, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>4</sub>C, SiC ya da TiC gibi farklı partiküllerin takviyesi ile bu özellikler iyileştirilebilmektedir.

Bu çalışmada üretilen Mg-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde, arayüzeyde üretim sırasında in-situ olarak oluşan Mn-C ve Al-B reaksiyon tabakasının magnezyumun bor karbür üzerindeki ıslatılabilirliğini artırdığı ve bu sayede kompozitlerin kısmen yüksek partikül ilave verimi ile (yaklaşık %85) üretilebildiği sonucuna varılmıştır.

## 2. MALZEME VE YÖNTEM

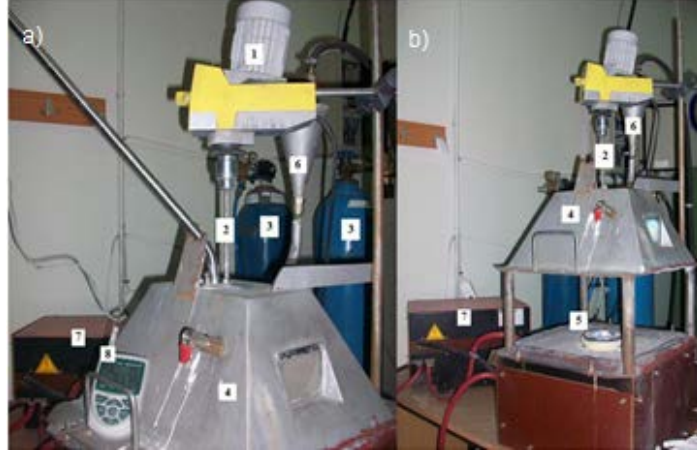
Çalışmada, matris malzemesi olarak, kimyasal bileşimi Tablo 1'de verilen AZ91D magnezyum döküm alaşımı; takviye malzemesi olarak, Alfa Aesar (USA) dan temin edilen ortalama partikül boyutu 32 µm ve spesifik yüzey alanı 0,253 m<sup>2</sup>/g olan B<sub>4</sub>C partikülleri kullanılmıştır.

**Tablo 1.** AZ91D Alaşımının Kimyasal Bileşimi

Alaşım	Al	Mn	Zn	Si	Cu	Ni	Fe	Be
<b>AZ91D</b>	8.5-9.5	0.2-0.3	0.45-0.90	0.05	0.025	0.01	0.04	0.0015

Kompozit malzemelerin üretimi karıştırılmalı döküm (vortex) yöntemi ile koruyucu atmosferli indüksiyon fırını (Şekil 1) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ergitme aşamasında kontaminasyonun engellenmesi amacıyla grafit pota ve karıştırıcılar bor nitür ile kaplanmıştır. Ergitme işlemi argon gazı altında gerçekleştirilirken, karıştırma işlemi için dört kanatlı paslanmaz çelikten imal edilmiş karıştırıcı kullanılmıştır. Yapılan tüm dökümlerde, matris malzemesi olarak 450 gram magnezyum döküm alaşımı (AZ91D) kullanılmıştır. B<sub>4</sub>C tozları ilave edilmeden önce, yüzeylerindeki kirliliğin giderilmesi, absorbe olmuş gazların ayrılması ve nemin giderilmesi için 105°C'ta 2 saat ön ısıtılmıştır. Yüksek karıştırma hızlarında gaz çözündürme oranı arttığından karıştırma hızı olarak vorteksin oluştuğu 500 devir/dakika seçilmiştir. Ergiyik, silindirik şekilli önceden 105°C sıcaklığa ısıtılmış kokil kalıba dökülmüştür.

Döküm parçalarından numuneler alınmış ve elmas zımpara ve süspansiyonlar ile metalografik incelemeler için hazırlanmıştır. Mikroyapılar, EDX donanımlı JEOL JSM-5410 ve JEOL JSM 7000F FEG-SEM tarama elektron mikroskobları (SEM) kullanılarak incelenmiştir.

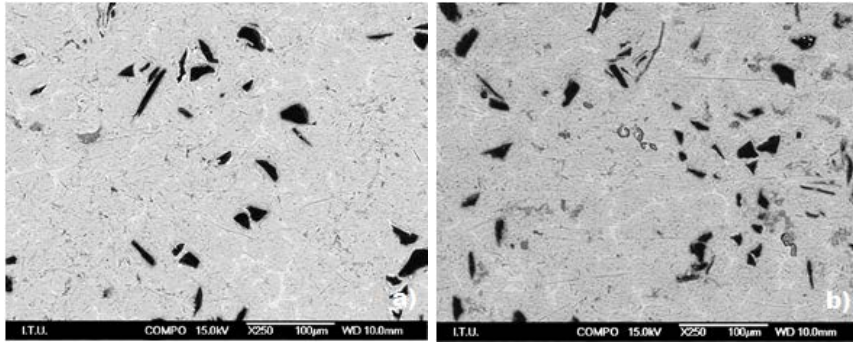


**Şekil 1.** Özel tasarım induksiyon fırını a) Deney düzeneğinin kapalı görünümü b) Deney düzeneğinin açık görünümü (1. Mekanik karıştırıcı, 2. Karıştırıcı şaft 3. Argon tüpü, 4. Fırın kapağı, 5. BN Kaplı grafit pota, 6. Takviye besleyici 7. Güç Ünitesi, 8. Sıcaklık kontrolü (Termokupl))

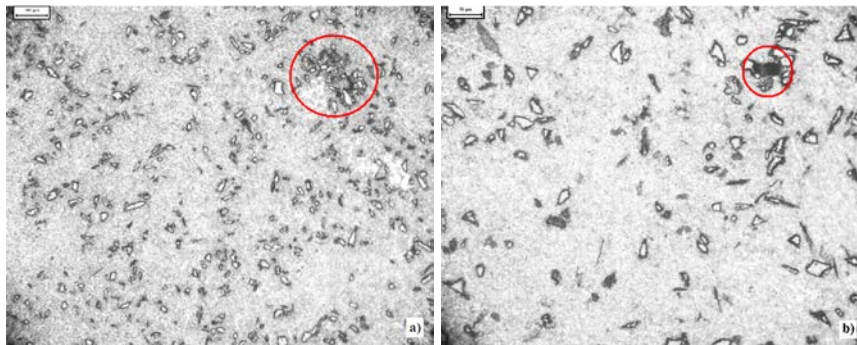
### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Döküm numunelerinin mikroyapıları incelendiğinde, Şekil 2’de görüldüğü gibi, takviye malzemesinin, yapı içinde homojen olarak dağıldığı belirlenmiş, ancak az da olsa yer yer topklanmaların ve porozitelerin olduğu görülmüştür (Şekil 3).

Karıştırmalı dökümün başarılı olabilmesi için ıslanabilirliğin iyi olması gerekmektedir. Artan viskozite nedeniyle partiküllerin ergiyik içerisinde ilavesinde bazı zorluklar ortaya çıkmakta, partikül topklanması veya dağılımının homojen olmaması gibi mikroyapısal homojensizlikler oluşabilmektedir. Karıştırma hızı, karıştırıcı şekli, boyutu ve ergiyik içerisindeki konumu gibi çeşitli etkenler MMK’lerin mikroyapısal dolayısıyla mekanik özelliklerini etkilemektedir.



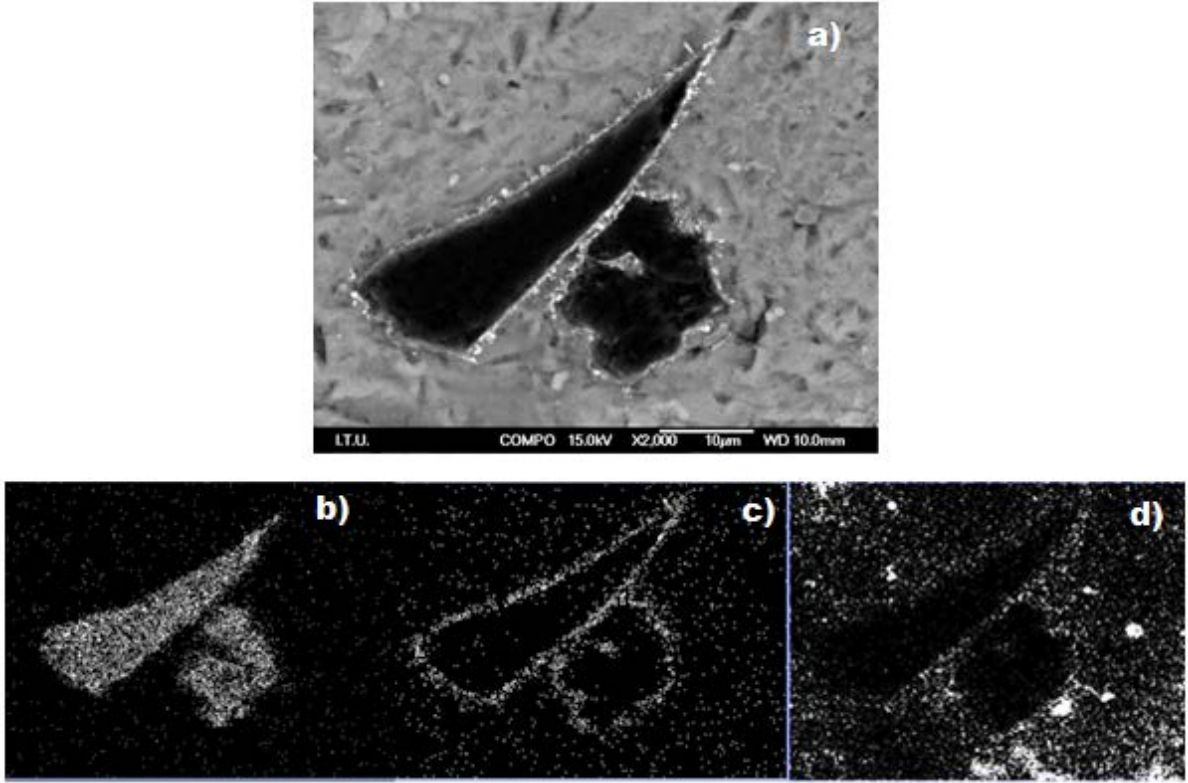
**Şekil 2.** a) % 5 B<sub>4</sub>C and b) % 10 B<sub>4</sub>C hacim oranına sahip Mg-MMK lara ait SEM görüntüleri



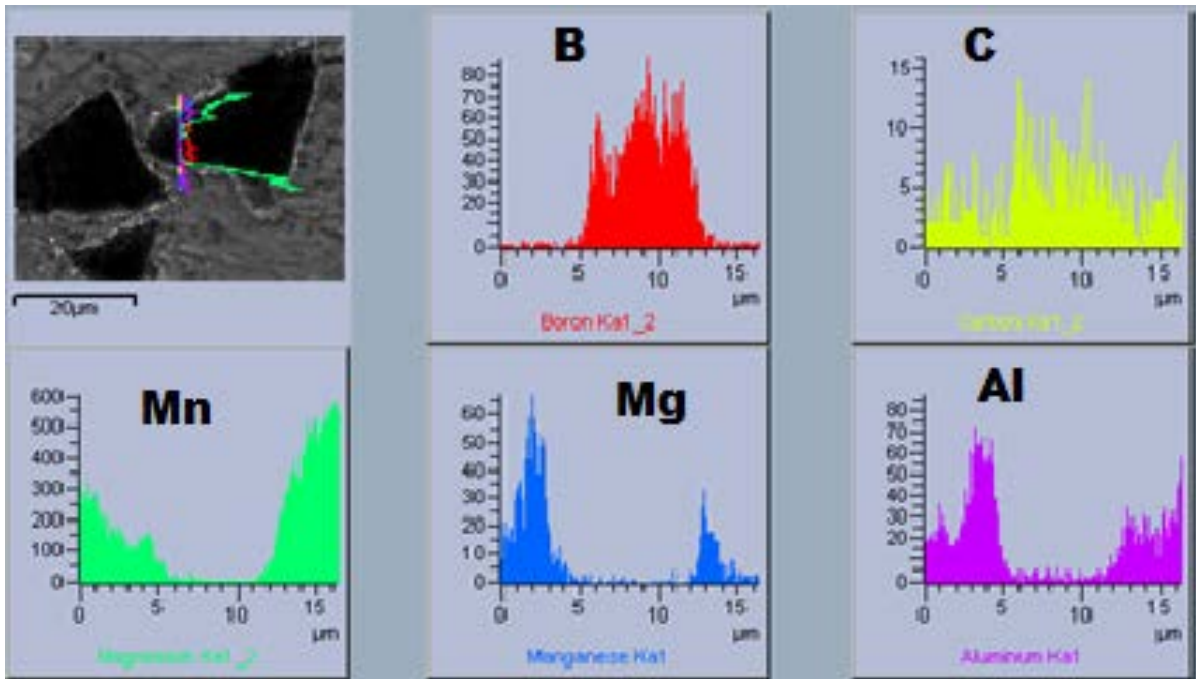
**Şekil 3.** % 10 B<sub>4</sub>C takviyeli Mg-MMK’e ait ışık mikroskobu görüntüleri a) Topaklanma b) Porozite

Yüksek büyütmelemede yapılan detaylı inceleme ve analizlerde, B<sub>4</sub>C partiküllerinin Mn-Al-C bileşikler tarafından çevrelediği belirlenmiştir. Şekil 4’de % 10 B<sub>4</sub>C içeren Mg-MMK’e ait FEG-SEM görüntüsü ve X-ışını haritası incelendiğinde partikül matris

arayüzeyinde Mn ve Al'ca zengin ince bir tabakanın varlığı görülmektedir. Şekil 5'de verilen çizgi analizi verileri de bu sonucu desteklemektedir. .



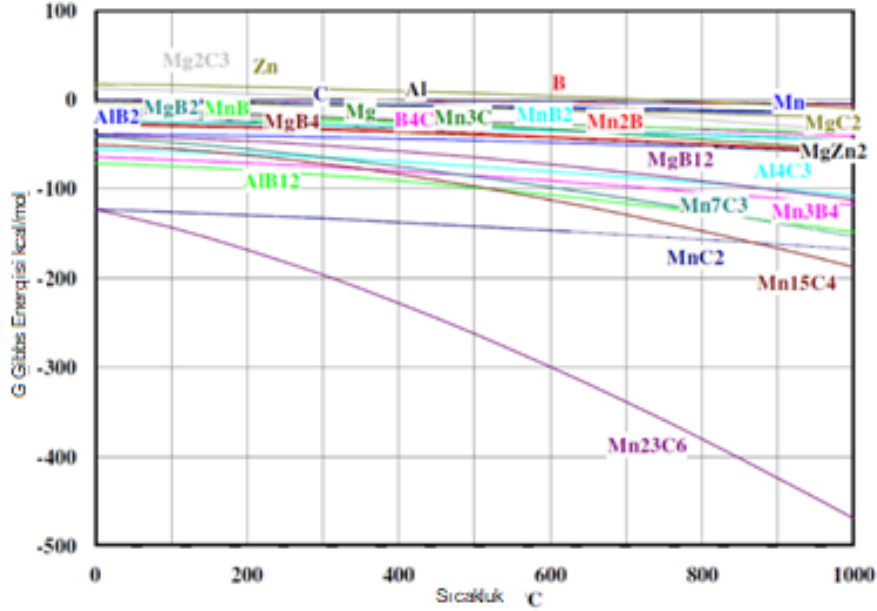
Şekil 4. a) B<sub>4</sub>C ilavesiyle üretilen kompozit numuneye ait SEM görüntüsü ve b) B, c) Mn, d) Al elementlerine ait X-ışını haritaları



Şekil 5. % 5 B<sub>4</sub>C takviyeli kompozitte matris-arayüzey-takviye boyunca çizgi analizi ve SEM görüntüsü

Mg-Al-Mn-Zn-B-C sisteminde yapılan taramalarda üçlü veya dördü bir bileşiğe rastlanmazken, sistemde olması muhtemel ikili bileşikler şunlardır: AlB<sub>2</sub>, AlB<sub>12</sub>, Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>, B<sub>4</sub>C, MgB<sub>2</sub>, MgB<sub>4</sub>, MgB<sub>12</sub>, MgC<sub>2</sub>, Mg<sub>2</sub>C<sub>3</sub>, MgZn<sub>2</sub>, Mn, MnB, MnB<sub>2</sub>, Mn<sub>2</sub>B, Mn<sub>3</sub>B<sub>4</sub>, MnC<sub>2</sub>, Mn<sub>3</sub>C, Mn<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, Mn<sub>15</sub>C<sub>4</sub> ve Mn<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (Roine, A., (2002)). Bu bileşikler ile HSC Chemistry programı kullanılarak oluşturulan Ellingham diyagramı Şekil 6'da verilmiştir.

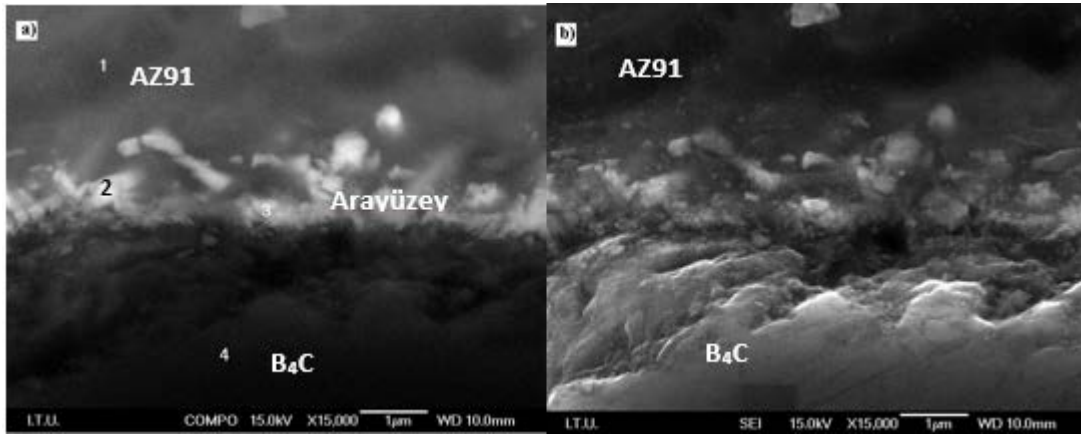




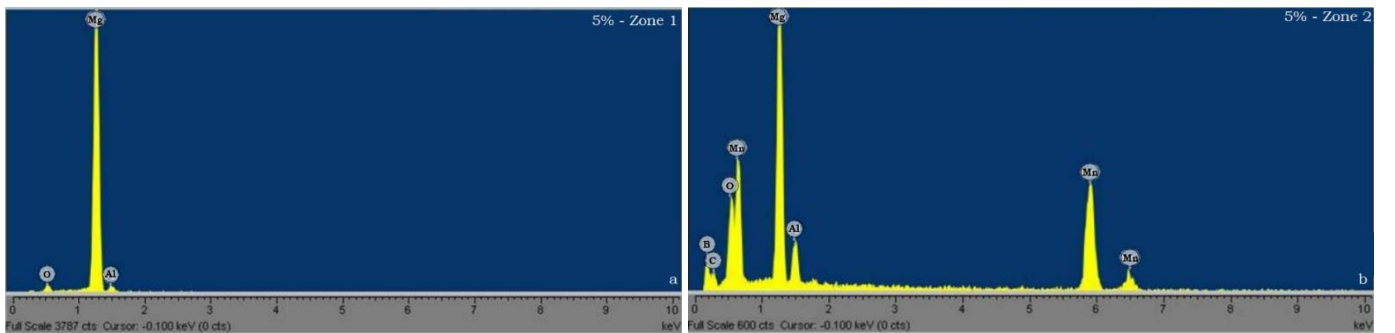
Şekil 6. Mg-Al-Mn-Zn-B-C'de ikili bileşiklerin Ellingham diyagramı (Roine, A., (2002))

Ellingham diyagramına göre, sistemde en düşük Gibbs serbest enerjisine ( $\Delta G$ ) sahip bileşiklerin Mn-C bileşikleri olduğu görülmektedir. Diyagrama göre,  $AlB_{12}$  bileşiği de nispeten düşük serbest enerjiye sahiptir. Şekil 4 ve Şekil 5'de verilen harita ve analizler incelendiğinde, alaşımdaki miktarı oldukça düşük olmasına rağmen (%0,2-0,3) arayüzeyde yüksek miktarda Mn'a rastlanmıştır. Bunun yanısıra arayüzeyde Al miktarının matrise göre daha yüksek olduğu görülmektedir. Dolayısıyla, bu termodinamik öngörüler ve EDS analizleri incelendiğinde arayüzeyin genel olarak Mn-C fazlarından oluştuğu ve bir miktar da  $AlB_{12}$  fazı içerdiği düşünülmektedir.

Hacimce %5  $B_4C$  takviyeli Mg-MMK malzemede matris-takviye arayüzeyinden yüksek büyütmede alınan SEM görüntüleri Şekil 7'de ve üç farklı noktadan alınan EDS analizleri Şekil 8'de verilmiştir.



Şekil 7. %5  $B_4C$  takviyeli Mg-MMK malzemede matris-takviye arayüzey a) COMPO, b) SE SEM görüntüleri



Şekil 8. Şekil 7 de verilen görüntüde a) 1 b) 2 ve 3 noktalardan alınan EDS analizleri

"1" noktasından alınan (Şekil 7) EDS analizi, Mg ve Al elementlerinin bulunduğu bu alanın matris olduğunu göstermektedir. "2" ve "3" ile işaretli bölgelerden alınan EDS analizinde Mg, Al, Mn, C, B ve Oksijen elementlerinin varlığı tespit edilmiştir. Mg, Al ve Mn elementlerinin kaynağı döküm alaşımıdır. Mg'un oksijene olan yüksek afinitesinden dolayı yapılan EDS analizinde oksijenin tespit edilmesi beklenen bir durumdur. %10 B<sub>4</sub>C içeren kompozit malzemede de benzer sonuçlar elde edilmiştir.

#### 4. SONUÇLAR

Magnezyum matrisli B<sub>4</sub>C partikül takviyeli kompozitler sıvı faz üretim yöntemleriyle üretilmiş ve mikroyapısal özellikleri incelenmiştir.

Hacimce %5 ve %10 B<sub>4</sub>C partikül takviyeli Mg matrisli kompozitler sırasıyla %4,2 ve %8,58 deneysel hacim oranı ve %84,07 ve %85,08 partikül ilave verimi ile üretilmiştir.

Mikroyapı incelemelerinde B<sub>4</sub>C partiküllerinin matris içerisinde homojen bir şekilde dağılım gösterdiği, ancak az da olsa topaklanma ve porozite olduğu gözlemlenmiştir.

Mg-Al-Mn-Zn-B-C sisteminde yapılan termodinamik taramalar ve matris/takviye arayüzeyinde gerçekleştirilen EDS analizlerine dayanarak üretim sırasında arayüzeyde Mn-Al-C bileşiklerince zengin bir reaksiyon tabakası oluştuğu sonucuna varılmıştır. Bu reaksiyon tabakasının ıslatılabilirliği arttırdığı ve kompozitlerin nispeten yüksek partikül ilave verimi ile üretilmesine olanak sağladığı düşünülmektedir.

#### REFERANSLAR

Aizenshtein, M., Froumin, N., Shapiro-Tsoref, E., Dariel, M.P., Frage, N., (2005), Wetting and interface phenomena in the B<sub>4</sub>C/(Cu-B-Si) system, Scripta Materialia 53, 1231–1235, doi:10.1016/j.scriptamat.2005.08.006

Atalay O., (2006), Magnezyum ve Alaşımlarının Konstrüksiyon Malzemesi Olarak Otomotivde Kullanımı, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

Demir, A., (2006), Metaller Arası Bileşik Mg<sub>2</sub>Si Takviyeli AZ91/Mg<sub>2</sub>Si Kompozit Malzemelerin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

Jung, J., Kang, S., (2004), Advances in Manufacturing Boron Carbide–Aluminum Composites, J. Am. Ceram. Soc., 87 [1] 47–54, doi: 10.1111/j.1551-2916.2004.00047.x

Kennedy, A.R., Karantzalis, A.E., (1999), The incorporation of ceramic particles in molten aluminium and the relationship to contact angle data, Materials Science and Engineering A264, 122–129, doi:10.1016/S0921-5093(98)01102-2

Kerti, I., (2005), Production of TiC reinforced-aluminum composites with the addition of elemental carbon, Materials Letters, 59, 3795 – 3800, doi:10.1016/j.matlet.2005.06.032

Khan, K.B., Kutty, T.R.G., Surappa, M.K., (2006), Hot hardness and indentation creep study on Al–5% Mg alloy matrix–B<sub>4</sub>C particle reinforced composites, Materials Science and Engineering A 427, 76–82, doi:10.1016/j.msea.2006.04.015

Lopez, V.H., Scoles, A., Kennedy, A.R., (2003), The thermal stability of TiC particles in an Al7wt.%Si alloy, Mater. Sci. & Eng. A, 356, 316-325, doi:10.1016/S0921-5093(03)00143-6

Özdin, K., (2006), Production of aluminium based SiC-reinforced composite materials and investigation of their wear properties, PhD Thesis, Gazi University. (in Turkish)

Rajan, T. P. D., Pillai, R.M., Pai, B. C., (1998), Review, Reinforcement coatings and interfaces in aluminium metal matrix composites, Journal of Materials Science Vol.33, 3491-3503, doi: 10.1023/A:1004674822751

Roine, A., (2002), Outokumpu HSC Chemistry for Windows, Ver. 5.1, 1999, Outokumpu Research Oy: Pori, Finland.

Shorowordi, K. M., Laoui, T., Haseeb, A. S. M. A., Celis, J. P., Froyen, L., (2003), Microstructure and interface characteristics of B<sub>4</sub>C, SiC and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced Al matrix composites: a comparative study, Journal of Materials Processing Technology, 142, 738-743, doi:10.1016/S0924-0136(03)00815-X

Shrestha, N.K., Kawai, M., Saji, T., (2005), Co-deposition of B<sub>4</sub>C particles and nickel under the influence of a redox-active surfactant and anti-wear property of the coatings, Surface & Coatings Technology 200, 2414– 2419, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.08.192

Tokaji, K., (2005), Effect of stress ratio on fatigue behaviour in SiC particulate-reinforced aluminium alloy composite, *fatigue fract. eng. mater.*, 28, 539–545 , doi: 10.1111/j.1460-2695.2005.00894.x

Toptan, F., (2011), Production of high wear resistant B4C particle reinforced aluminium matrix composites, PhD Thesis, Yildiz Technical University. (in Turkish)

Zhang, H., Ramesh, K. T., Chin, E.S.C., (2004), High Strain Rate Response of Aluminium 6092/B4C Composites, *Materials Science and Engineering, A* 384, 26-34, doi:10.1016/j.msea.2004.05.027

Zhu, X., Dong, H., Lu, K., (2008), Coating different thickness nickel–boron nanolayers onto boron carbide particles, *Surface & Coatings Technology* 202, 2927–2934, doi:10.1016/j.surfcoat.2007.10.021