### ALSİ7 KÖPÜKLERİN GÖZENEK MORFOLOJİSİ ÜZERİNE B4C İLAVESİNİN ETKİSİ

### Arif UZUN<sup>1</sup>, Mehmet TÜRKER<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Kastamonu Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kastamonu <sup>2</sup>Gazi Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Ankara <u>auzun@kastamonu.edu.tr, mturker@gazi.edu.tr</u>

#### (Geliş/Received: 19.08.2014; Kabul/Accepted: 15.07.2015)

#### ÖZET

Bu çalışmada toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş AlSi7 köpüklerin gözenek morfolojisi üzerine B<sub>4</sub>C ilavesinin etkisi incelenmiştir. Bu amaçla Al içerisinde % 1 TiH<sub>2</sub>, % 7 Si ve değişik oranlarda (% 2, 4 ve 6) B<sub>4</sub>C tozları ilave edilerek karıştırılmıştır. Daha sonra karışım tozlar 400 MPa altında sıkıştırılmıştır. Elde edilen blok numuneler ekstrüzyon ve haddeleme işlemlerinden geçirilerek köpürebilir malzemeler üretilmiştir. Üretilen numuneler farklı sıcaklıklarda (690, 710, 730 ve 750 °C ) serbest halde köpürtme işlemine tabi tutulmuştur. Deneysel sonuçlara göre; düşük köpürtme sıcaklıklarında B<sub>4</sub>C takviyeli numuneler, parçacık içermeyen numunelere oranla daha düşük hacimsel genleşme sergilemiştir. Genleşme değerleri köpürtme sıcaklığındaki artışa bağlı olarak artmıştır. Numunelerin tamamına yakınında 750 °C köpürtme sıcaklığında maksimum oranda hacimsel genleşme değerleri (% 350 - % 400) elde edilmiştir. B<sub>4</sub>C miktarı ve köpürme sıcaklıktaki artış ile birlikte numunelerde küresellik faktörü ve gözenek boyutlarının arttığı, gözenek sayısının ise azaldığı tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: AlSi7 köpük, B<sub>4</sub>C, gözenek morfolojisi, toz metalürjisi

### THE EFFECT OF B<sub>4</sub>C ADDITION ON PORE MORPHOLOGY OF THE ALSI7 FOAMS

#### ABSTRACT

In this study, the effect of  $B_4C$  addition on pore morphology of the AlSi7 foams produced via powder metallurgy method was examined. For this, 7 % Si, 1 % TiH<sub>2</sub> (foaming agent) and  $B_4C$  powders at various rates (2, 4 and 6 %) were added to the Al powders and then mixed properly. Mixed powders were compacted at 400 MPa and extruded and rolled to produce precursor material. Then produced samples were freely foamed at temperatures between 690 °C and 750 °C in order to produce closed cell metallic foams. As a result of experimental studies, the volumetric expansion rate of  $B_4C$  reinforced preform materials has been found to be lower than AlSi7 foams. Expansion values was found to be increase with increasing the foaming temperature. The maximum volumetric expansion values (350 % - 400 %) in nearly all samples was obtained at 750 °C foaming temperature. Pore size and sphericity factor were increased with foaming temperature and the amount of  $B_4C$  in the samples but they reduced the number of pores.

**Keywords:** AlSi7 foam, B<sub>4</sub>C, pore morphology, powder metallurgy

#### **1. GİRİŞ** (INTRODUCTION)

Metalik köpük üretiminde toz metalurjisi (TM) yöntemi ilk olarak Fraunhofer Malzeme Araştırma Enstitüsü (IFAM) tarafından geliştirilmiştir [1]. Bu yöntem de sandviç levha şeklinde veya karmaşık şekilli homojen gözenek yapılara sahip köpük parçalar ön şekil verilmiş köpürebilir malzemelere uygulanan ısıl işlem ile üretilmektedir [2]. Üretim ilk olarak metal tozları (alaşım tozları, takviye elemanları) ile köpürtücü madde tozlarının karıştırılmasıyla başlamaktadır [3]. Daha sonra karışım tozlar, köpürebilir malzeme üretimi için ekstrüzyon, presleme veya haddeleme gibi farklı teknikler kullanılarak sıkıştırılmaktadır [4]. Bu işlemler nihai ürün olan köpüğün yoğunluğuna ve köpürebilirliğine doğrudan etki ettiği için üretim aşamasında oldukça dikkatli olunmalıdır. İkinci aşamada ise köpürebilir malzemeler ergime derecesine yakın bir sıcaklıkta ısıtılarak köpürtme işlemine tabi tutulmaktadır. Bu işlem sırasında yapı içerisinde bulunan köpürtücü madde çözünerek gaz açığa çıkartmakta ve gözeneklerin oluşumuna neden olmaktadır [3, 5-7]. Bu yöntemde Al ve alaşımları için köpürtücü madde olarak genellikle TiH<sub>2</sub> veya ZrH<sub>2</sub> kullanılmaktadır. son zamanlarda yapılan çalışmalarda Ancak köpürtücü madde olarak CaCO3 ve dolomit gibi tozlar da başarılı bir şekilde kullanılabilmektedir [8]. TM yöntemi ile titanyum, çinko, kurşun ve diğer metal/alaşımları da uygun üretim parametreleri ve köpürtücü madde seçimiyle köpürtülebilmektedir [4-6]. Al köpüklerde genellikle saf alüminyum, dövme alüminyum alaşımları (2xxx ve 6xxx), ve döküm alaşımları (AlSi7, AlSi12) kullanılmaktadır [3, 4, 7, 9]. ΤМ yönteminde üretim asamasında parametrelerinin uygun seçilmesi ve sürecin kontrol edilmesi gerekmektedir [10]. 750 °C sıcaklıkta köpürtme işlemine tabi tutulan Al/TiH<sub>2</sub> karışımının lineer genleşme sürecinin zamana göre değişkenlik gösterdiği, maksimum genleşme süresinin aşılması durumunda gözeneklerde çökmelerin başladığı ve çekimsel drenaj etkisinin oluştuğu araştırmacılar tarafından belirtilmiştir [3]. Köpürtücü madde miktarının ve köpürtme süresinin uygun olması halinde yüksek gözenekliliğe sahip homojen yapılı köpük üretmek mümkündür. Saf Al köpükler için ağırlıkça % 1 oranında TiH<sub>2</sub> ideal sonuçlar verebilmektedir [11]. Sıcaklık köpürme kinetiğini, sıvı haldeki köpüğün kararlılığını ve katılaşmasını etkileyebilmektedir. Köpürtücü maddedeki çözünme, ergiyik metalin viskozitesi, yüzey gerilimi ve gaz basinci köpürtme sıcaklığından doğrudan etkilenmektedir [12-14]. Homojen sıcaklıklarda malzeme daha köpürebilir hızlı köpürmeve başlamakta ve daha fazla genleşme sergilemektedir [15]. Bu yöntemde Al köpüğün kararlılığını artırmak için yaygın şekilde SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiB<sub>2</sub> ve TiC gibi seramik parçacıklar ilave edilmektedir [16-20]. Bu

çalışmada ise toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş AlSi7 köpüklerin gözenek morfolojisi üzerine  $B_4C$ ilavesinin etkisi incelenmiştir.

# 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL STUDIES)

#### 2.1 Malzemeler (Materials)

Deneysel çalışmalarda köpürebilir malzeme üretimi için matris malzemesi olarak Al, köpürtücü madde olarak TiH<sub>2</sub>, alaşım elementi olarak Si ve takviye elemanı olarak da B<sub>4</sub>C tozları kullanılmıştır. Şekil 1'de tozların taramalı elektron mikroskop (SEM) görüntüleri ve ayrıntılı fiziksel özellikleri verilmiştir.

#### **2.2 Preform Malzeme Üretimi ve Köpürtme İşlemi** (Production of Precursor Material and Foaming Process)

Preform malzeme üretimi için bu tozlar turbula marka T2F tipi üç boyutlu karıştırıcı ile 30 dakika süreyle karıştırılmıştır. Karışım tozlar 400 MPa basınç altında çelik bir kalıp içerisinde soğuk olarak tek yönlü sıkıştırılmıştır. Sıkıştırma sonrası elde edilen toz metal blok numuneler levha haline getirilebilmek amacı ile ekstrüzyon ve haddeleme gibi yoğunlaştırma islemlerinden geçirilmiştir. Böylece 5 mm kalınlığında köpürebilir levhalar üretilmiştir. Daha sonra B4C takviyeli/takviyesiz köpürebilir numuneler farklı sıcaklıklarda (690, 710, 730 ve 750 °C) köpürtme işlemlerine tabi tutulmuştur. Her köpürtme işlemi için en az beş numune kullanılmıştır. Üretim aşaması şematik olarak Şekil 2'de verilmiştir.

#### 2.3 Karakterizasyon (Characterization)

Köpürebilir malzemelerden üretilmiş Al köpüklerin mikroyapısal analizleri optik mikroskop, SEM ve Xışını kırınım yöntemi (XRD) aracılığıyla karakterize edilmiştir. Makroyapı analizlerinde gözenek boyutu ve gözenek şeklinin karakterizasyonu için AlSi7 köpük numuneler ortadan kesilerek ara yüzeyler bir tarayıcı yardımı ile 1:1 oranında taranmıştır. Böylece Şekil 3'teki gibi görüntü resimleri oluşturulmuştur. Bu resimler üzerinden yapılan ölçümler ile gözenek boyutu ve gözenek şekli (küresellik) hesaplanmıştır.



Toz	Temin edildiği yer	Parçacık boyutu (µm)	Parçacık şekli	Saflık (%)
Al	Ecka Granules	<160	Düzensiz	99,0
$TiH_2$	Sigma-Aldrich	<44	Düzensiz ve açısal	98,0
Si	Atlantic Equipment	<10	Keskin köşeli ve düzgün	99,9
	Engineers		yüzeyli	
$B_4C$	Nurol Teknoloji	<10	Köşeli	-

**Şekil 1.** Deneysel çalışmalarda kullanılan tozların SEM görüntüleri ve ayrıntılı fiziksel özellikleri [21] (SEM images and detailed physical properties of the powders used in experimental studies)



Şekil 2. Üretim aşamasının şematik gösterimi [21] (Schematic representation of the production process)

Bu hesaplamalar Eşitlik. 1, Eşitlik 2, Eşitlik 3 ve Eşitlik 4'te verilen formüllere göre yapılmıştır. Bu eşitliklerde kullanılan  $L_1$  ve  $L_2$ ; sırasıyla gözenek boyutunun enine ve boyuna uzunluğunu ifade etmekte, i ve n ise terimsel ifadelerdir.

Göznek boyutu (Gb) = 
$$\frac{L_1 + L_2}{2}$$
 (1)

Ortalama gözenek boyutu (Gb<sub>ort</sub>) = 
$$\frac{\sum_{i}^{n} Gb}{n}$$
 (2)

Küresellik faktörü (Kf) =  $1 - \frac{L_1}{L_2}$  (3)

Ortalama küresellik fak. 
$$(Kf_{ort}) = 1 - \frac{\sum_{i}^{n} Kf}{n}$$
 (4)



**Şekil 3.** AlSi7 köpüğün gözenek yapısı (Pore structure of the foam AlSi7)

Deney boyunca üretilen köpük numunelerin yoğunlukları ise Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. Hesaplamalarda Eşitlik 5'te verilen formül kullanılmıştır

$$\rho_n = \frac{(m_h)}{(m_h - m_{su})} \cdot \rho_{su} \tag{5}$$

Burada  $\rho_n$ ; numune yoğunluğu,  $\rho_{su}$ ; oda sıcaklığında suyun yoğunluğu,  $m_h$ ; numunenin havadaki ağırlığı ve  $m_{su}$ ; numunenin su içerisindeki ağırlığını ifade etmektedir.

Köpürme sonrası numunelerin genleşme oranları aşağıda verilen Eşitlik 6 kullanılarak hesaplanmıştır.

Hacimsel genleşme (HG) = 
$$\left(\frac{\left(\frac{m_k}{\rho_k}\right)}{\left(\frac{m_p}{\rho_p}\right)}\right) - 1$$
  
(HG) =  $\left(\frac{v_k}{v_p}\right) - 1$  (6)

Bu eşitlikte  $\rho^*$ ; köpük yoğunluğu,  $V_k$ ; köpük hacmi,  $m_k$  köpüğün havadaki ağırlığı,  $\rho_p$ ; köpürebilir

malzeme yoğunluğu,  $V_p$ ; köpürebilir malzeme hacmi ve  $m_{p;}$  köpürebilir malzemenin havadaki ağırlığıdır.

## **3. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMALAR** (EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS)

#### **3.1 B**<sub>4</sub>**C İ**lavesi ve Köpürtme Sıcaklığının Genleşme Davranışı Üzerine Etkileri (Effects on Expansion Behavior of B<sub>4</sub>C Addition and Foaming Temperature)

çalışmalarda,  $B_4C$  içermeyen Yapılan AlSi7 köpüklerin 690 °C ile 750 °C köpürtme sıcaklıkları arasında genleşme oranları ortalama % 320 ile % 400 arasında değişmiştir (Şekil 4a). Duarte ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalarda 675 °C ile 750 °C köpürtme sıcaklıkları arasında AlSi7 köpükler için maksimum genleşme değerleri yaklaşık % 320 ile % 470 arasında bulunmuştur. Araştırmacılar köpürtme sıcaklığının ve ısıtma hızının, Al köpüklerin kararlılığı ve maksimum genleşmeleri üzerine etki ederek ergiyik metalin viskozitesini düşürdüğü ve oluşumunu yapı içerisinde gaz artırdığını belirtmişlerdir [22]. Ancak B<sub>4</sub>C takviyeli köpürebilir malzemelerin genleşme oranları AlSi7 köpüklere kıyasla daha düşüktür. Genleşme değerleri sıcaklıktaki artışa bağlı olarak artmıştır. Parçacık ilavesi ile köpürebilir malzemelerin genleşme davranışları düşük sıcaklıklarda zayıflamış, yüksek sıcaklıklarda ise artmıştır. Ayrıca köpürtme sıcaklığındaki artış  $B_4C$ takviyeli/takviyesiz köpürebilir malzemelerin maksimum genleşme sürelerini düşürmüştür (Şekil 4b). Bu düşüş B<sub>4</sub>C içermeyen köpürebilir malzemelerde daha etkindir. Esmaeelzadeh ve arkadaşının yapmış olduğu çalışmada farklı sıcaklıklarda köpürtülen AlSi7 ve AlSi7/SiC malzemelerin maksimum genleşme sürelerinin artan sıcaklık ile birlikte azaldığı belirtilmektedir [23]. Yapı içerisindeki B₄C parçacıkları metal akışını geciktirerek köpüğün genleşme oranını da düşürebilir. Bilindiği üzere ergiyik içerisinde dağılmış katı parçacıklar viskoziteyi artırmaktadır [18]. Dolayısıyla ergiyik Al içerisine katılan seramik parçacıklar sıvı akışını engelleyerek köpürme davranışını da etkilemektedir [24]. Silisyum ilavesi Al alaşımının ergime sıcaklığını düşürmekte ve 577±1°C sıcaklıkta ötektik yapıyı oluşturmaktadır [25]. Bundan dolayı yüksek köpürtme sıcaklıklarında AlSi7 köpürebilir malzemelerde daha fazla genleşme oranları beklendiği gibi hücresel yapıda çökme olasılığı da artmaktadır. Bu durumda ilave edilen B<sub>4</sub>C



**Şekil 4.** Maksimum genleşme sergileyen B<sub>4</sub>C takviyeli/takviyesiz köpürebilir malzemelere ait; Köpürme sıcaklığı -  $HG_{max}$ , Köpürme sıcaklığı - Köpürme süresi grafikleri (Foaming temperature -  $VG_{max}$  and Foaming temperature - Foaming time graphics of B<sub>4</sub>C reinforced / unreinforced foamable materials which exhibited maximum expansion)



Şekil 5. Farklı sıcaklıklarda köpürtülmüş maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen köpürebilir AlSi7 malzemelerin gözenek yapıları ve gözenek boyutu (Gb) - gözenek oranı (Gs) grafikleri (Pore structures and Pore size (Ps)- Pore rate (Pr) graphics of foamable materials which exhibited a maximum rate of volumetric expansion and foamed at different temperatures)

parçacıkları köpüğün kararlılığını artırarak, drenaj etkisini azaltabilir. Hücre duvarları ile plato sınırları arasındaki basınç farkını etkileyen parçacıklar metal akışındaki itici gücü değiştirerek köpüğün kararlılığını ve köpürebilirliğini geliştirmektedir [26]. Dolayısıyla düşük sıcaklıklarda hem ergiyik viskozitesinin fazla olması, hem de hücre duvarında B<sub>4</sub>C parçacıklarının varlığı genleşme için gerekli olan itici kuvveti engelleyerek hacimsel genleşme oranlarını düşürmüş olabilir. Burada önemli olan nokta katı parçacıkların sıvı tarafından ıslatılabilirliği ve yüzey gerilimi etkisidir [24]. Diğer taraftan viskoziteki farklılık ıslatma açısını, yani sıvı ile katı arasındaki yapışkanlığı da etkileyebilmektedir [27]. Yüksek viskoziteden dolayı ergiyik sıvının akma direnci drenajı azaltmakta ve köpük daha kararlı hale gelmektedir.

#### **3.2** B<sub>4</sub>C İlavesi ve Köpürtme Sıcaklığının Gözenek Yapısı ve Dağılımı Üzerine Etkileri (Effects of B<sub>4</sub>C Addition and Foaming Temperature on the Pore Structure and Distribution)

Şekil 5'te farklı sıcaklıklarda köpürtülmüş maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen köpürebilir AlSi7 malzemelerin gözenek yapıları ve gözenek boyutu (Gb) ile gözenek oranının (Gs) ilişkilendirildiği grafikler verilmektedir. Grafikler üzerindeki resimlere bakıldığında, gözeneklerin homojen dağılım sergilediği ve artan sıcaklıkla

birlikte numunelerin gözenek boyutlarının arttığı Bununla birlikte görülmektedir. numunelerin tamamında genel olarak boyutları 1 mm ile 2 mm arasında değişen gözeneklerin mevcut olduğu görülmektedir. Ancak bu boyutlara sahip gözeneklerin % oranı artan sıcaklık ile birlikte değişmiştir. 690 °C'de köpürtülen numunelerde bu boyutlardaki gözenek oranı % 80 iken, 750 °C'de % 50'dir. Fakat 750 °C'de 1 mm ile 2 mm arasında değişen gözeneklerin oranı az olsa da, 2 mm'den daha büyük olan gözeneklerin oranları diğerlerine göre fazladır. Artan sıcaklık ile birlikte köpürme işlemi esnasında birkaç gözeneğin birleşmesi sonucu daha iri boyutlu gözeneklere de rastlanmaktadır. Özellikle 730 °C ve 750 °C sıcaklıklarda yapılan köpürtme işlemlerinde iri gözenekler yapı içerisinde bölgesel olarak yer almıştır. Makro boyutta gözenek dağılımının 750 °C'de daha homojen olduğu görülmektedir.

Şekil 6'da farklı sıcaklıklarda köpürtülmüş maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen % 6  $B_4C$  takviyeli köpürebilir AlSi7 malzemelerin gözenek yapıları ve gözenek boyutu (*Gb*) ile gözenek oranının (*Gs*) ilişkilendirildiği grafikler verilmektedir. Resimlere bakıldığında artan sıcaklık ile birlikte numunelerde gözenek sayısının belirgin bir şekilde arttığı görülmektedir. Benzer şekilde gözenek boyutu dağılımının da artan sıcaklıkla birlikte daha homojen hale geldiği görülebilir. 690 °C köpürtme sıcaklığında köpürme davranışını olumsuz yönde etkilemektedir.



**Şekil 6.** Farklı sıcaklıklarda köpürtülmüş maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli köpürebilir AlSi7 malzemelerin gözenek yapıları ve gözenek boyutu (*Gb*) - gözenek oranı (*Gs*) grafikleri (Pore structures and Pore size (*Ps*)- Pore rate (*Pr*) graphics of 6 % B<sub>4</sub>C reinforced foamable materials which exhibited a maximum rate of volumetric expansion and foamed at different temperatures)



**Şekil 7.** Köpürtme sıcaklığına bağlı olarak maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen numunelere ait; **a)**  $B_4C$  oranı – Gözenek boyutu <sub>ort</sub>, **b)**  $B_4C$  oranı– Gözenek sayısı grafikleri ( $B_4C$  ratio - Mean pore size (**a**) and  $B_4C$  ratio - the number of pores (**b**) graphics of the samples exhibited a maximum rate of volumetric expansion depending on the foaming temperature)

Yapı içerisinde en fazla gözeneğin 750 °C'de oluştuğu görülmektedir. Ortalama gözenek boyutları ise birbirine yakın değerlerdedir. Bunun nedeni gözenek sayılarındaki farklılıktır. Örneğin; maksimum genleşme sergileyen numunelerde ortalama gözenek sayısı 710 °C 'ye kıyasla 750 °C'de daha fazladır.

Şekil 7'de B<sub>4</sub>C miktarı ve köpürtme sıcaklığına bağlı olarak maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen numunelerdeki gözenek boyutu ortalamaları ve gözenek sayısındaki değişimler gösterilmektedir. Grafiklere bakıldığında artan B4C miktarı ve sıcaklıkla birlikte numunelerde gözenek boyutlarının arttığı (Şekil 7a), gözenek sayısının ise azaldığı görülmektedir (Şekil 7b). Bu durum köpürme işlemi esnasında birkaç gözeneğin birleşmesi sonucu daha iri boyutlu gözeneklerin oluşma eğiliminden kaynaklanmaktadır [4]. B<sub>4</sub>C takviyeli malzemelerde 690 °C'de köpürtülen numunelerin diğerlerine oranla köpürme davranışı daha zayıftır. Nispeten 750 °C köpürtme sıcaklıklarında üretilen numuneler de gözenek boyutu dağılımının diğerlerine oranla daha olduğu söylenebilir. Daha önceden homojen belirtildiği gibi düşük sıcaklıklarda hem ergiyik viskozitesinin fazla olması hem de hücre duvarında B<sub>4</sub>C parçacıklarının varlığı genleşme için gerekli olan itici gücü engelleyerek hacimsel genleşme oranlarını düsürmüs olabilir [22]. Parçacık icermeven numunelere nazaran B4C, gözenek boyutunu artırıcı, gözenek oranını ise azaltıcı yönde etki etmiştir.

Küresellik fakörü (Kf) gözeneğin şeklini sayısal olarak ifade etmektedir. Bu değer 1'e ne kadar yakın olur ise köpüklerdeki gözeneklerin küreselliği o derece artmaktadır. Yapılan çalışmada maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen numuneler için köpürtme sıcaklığı ve  $B_4C$  miktarı küresellik faktörünün artmasına neden olmaktadır (Şekil 8).

Üretilen köpüklerde gözenek şekilleri küreselden ziyade karmaşık şekillidir. Bu durum gözenek boyutunun artması ve gözenek sayısının azalması ile ilişkilendirilebilir.



**Şekil 8.**  $B_4C$  miktarı ve köpürtme sıcaklığına bağlı olarak maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen numunelerdeki küresellik faktörü ortalamaları (The mean sphericity factor of the samples which exhibited a maximum rate of volumetric expansion depending on  $B_4C$  ratio and the foaming temperature)



**Şekil 9.** 690 °C ve 750 °C sıcaklıklarda köpürtülmüş B<sub>4</sub>C içermeyen AlSi7 köpüklerin mikroyapı görüntüleri (Microstructure images of unreinforced AlSi7 foam which foamed at 690 °C and 750 °C)



**Şekil 10**. 750 °C sıcaklıkta köpürtülmüş AlSi7 köpüğe ait SEM görüntüsü (a) ve elementel haritalama örnekleri (b) (SEM image (a) and elemental mappings (b) of AlSi7 foam which foamed at 750 °C)

#### 3.3 B<sub>4</sub>C Takviyeli/Takviyesiz AlSi7 Köpüklerin Mikroyapısal Analizi (Microstructural Analysis of B<sub>4</sub>C Reinforced/Unreinforced AlSi7 Foams)

Şekil 9'da 690 °C ve 750 °C sıcaklıklarda köpürtülmüş  $B_4C$  içermeyen AlSi7 köpüklerin mikroyapı görüntüleri gösterilmiştir. Resimlere bakıldığında her iki numunede de  $\alpha$ -Al (beyaz) tanelerinin ve bu fazı çevreleyen silisyumca zengin Al-Si bölgelerinin (koyu) oluştuğu görülmektedir. Oluşan bu mikroyapı tipik bir Al-Si döküm alaşımının mikroyapısı ile benzerlik göstermektedir [22, 28]. Fakat mikroyapısal farklılığın artan sıcaklıkla birlikte değiştiği dikkat çekmektedir. 690 °C sıcaklıkta hücre duvarlarında eş eksenli taneler mevcut iken 750 °C sıcaklıkta bu taneler irileşmiştir.

Sekil 10'da 750 °C sıcaklıkta köpürtülmüs AlSi7 köpüğe ait SEM görüntüsü ve elementel haritalama örnekleri gösterilmiştir. Al-Si ötektik bölgelerinin elementel haritalama örneklerine bakıldığında silisyumca zengin bölgelerde yoğunlaştığı ve köpürme süresince bu eğilimin devam ettiği düşünülmektedir. Mikroskobik incelemeler aynı zamanda hücre duvarı içerisinde rastgele dağılmış Ti parçacıklarının varlığını da ortaya koymaktadır (Sekil 10 a-b). Muhtemel Ti-Si fazıyla çevrelenmiş olan bu parçacıklar köpürme işlemi esnasında TiH2'ün reaksiyona girmesi sonucu oluşmuştur. Campana ve Pilone (2008) tarafından yapılan çalışmada da benzer yapının oluştuğu belirtilmiştir. Araştırmacılar hücre duvarı içerisinde var olan ve kısmen reaksiyona uğramış bu parçacıkların varlığının köpürmeyi önemli ölçüde etkilemediğini belirtmişlerdir [29].

Şekil 11'de farklı köpürtme sıcaklıklarında elde edilen % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli AlSi7 köpüklerin SEM görüntüleri ve EDS analizleri gösterilmiştir. Resimler incelendiğinde, parçacıkların hücre duvarı içerisine yerleşiği görülmektedir. Hücre duvarındaki bu parçacıkların dağılımı ve konumlanması katı/sıvı ara yüzeyindeki enerji dengesine bağlı olarak değişmektedir. Bilindiği üzere Al köpüklerin kararlılığı ergiyik metalin viskozitesine bağlı olduğu gibi ilave edilen parçacıkların şekli, boyutu ve oranına da bağlıdır [27]. Önemli olan husus katı parçacıkların sıvı tarafından ıslatılabilirliğidir [24]. Resimlere bakıldığında 690 °C'de B<sub>4</sub>C parçacıklarının matris içerisine yerleştiği ancak parçacıklar ile matris ara yüzeyinde mikro boşlukların meydana geldiği görülmektedir. Diğer taraftan köpürtme sıcaklığının artması ile bu boşlukların nispeten azaldığı ve parçacık/matris ara yüzey uyumunun arttığı görülebilir. Bu durum her iki sıcaklıkta parçacık üzerinden alınan EDS analizleri ile de desteklenmektedir. Analiz sonuçlarına göre 750 °C'de Al oranı 690 °C'ye göre daha fazladır.

Şekil 12'de 750 °C'de köpürtülmüş % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli AlSi7 köpüklere ait SEM görüntüsü (a) ve elementel haritalama örneği (b) gösterilmiştir. Mikroyapılara bakıldığında B<sub>4</sub>C parçacıklarının hücre duvarı içerisinde yerleştiği ve aynı zamanda metal - gaz ara yüzeyinde de bulunduğu görülmektedir. B<sub>4</sub>C parçacıklarının matris içerisine yeterince gömülmesi ve metal - gaz ara yüzeyine yerleşmesi gözenek içerisindeki gaz basıncının düşmesi ve ısıl büzülmelerden dolayı hücre duvarı kırılması gibi hataların oluşmasına katkı sağlayabilmektedir [30].

Şekil 13'te farklı sıcaklıklarda köpürtülmüş % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli ve takviyesiz AlSi7 köpüklere ait XRD spektrumundaki pikler ve ait oldukları bileşikler gösterilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi başlangıç malzemelerine (Al, Si) ve bu malzemeler arasında oluşabilecek reaksiyon sonucu gerçekleşmiş ürünlere (Al<sub>9</sub>Si) ait pikler tanımlanmıştır. % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli ve takviyesiz malzemelerde tüm sıcaklıklarda Al<sub>9</sub>Si bileşiğinin oluştuğu görülmektedir. Bununla birlikte takviye elemanı ile matris arasında bir reaksiyon ürününe rastlanmamıştır.



**Şekil 11.** Farklı köpürtme sıcaklıklarında elde edilen % 6  $B_4C$  takviyeli AlSi7 köpüklerin hücre duvarlarına ait SEM görüntüleri ve EDS analizleri (SEM images and EDS analysis of the cell walls of 6 %  $B_4C$  reinforced AlSi7 foams produced at different foaming temperatures)



**Şekil 12.** 750 °C'de köpürtülmüş % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli AlSi7 köpüklere ait SEM görüntüsü ve elementel haritalama örneği (B) (SEM image and elemental mappings (B) of 6 % B<sub>4</sub>C reinforced AlSi7 foam which foamed at 750 °C)



**Şekil 13.** Farklı sıcaklıklarda köpürtülmüş % 6 B<sub>4</sub>C takviyeli ve takviyesiz AlSi7 köpüklere ait XRD spektrumu (XRD spectrums of 6 % B<sub>4</sub>C reinforced/unreinforced AlSi7 foams produced at different foaming temperatures)

#### 4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Bu çalışmada toz metalurjisi yöntemi ile üretilmiş AlSi7 köpüklerin gözenek morfolojisi üzerine B<sub>4</sub>C ilavesinin etkisi üzerine yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir:

Düşük sıcaklıklarda hem ergiyik viskozitesinin fazla olması hem de hücre duvarlarında B<sub>4</sub>C parçacıklarının varlığı genleşme için gerekli olan metal akışındaki itici gücü engellediğinden köpürme işlemi sırasında B<sub>4</sub>C takviyeli köpürebilir malzemelerin hacimsel genleşme oranları AlSi7 köpüklere göre daha düşüktür. Genleşme değerleri köpürtme sıcaklığındaki artışa bağlı olarak artmıştır. Numunelerin tamamına yakınında 750 °C köpürtme sıcaklığında maksimum oranda hacimsel genleşme değerleri (% 350-% 400) elde edilmiştir.

B<sub>4</sub>C miktarı ve köpürme sıcaklıktaki artış ile birlikte maksimum oranda hacimsel genleşme sergileyen numunelerde küresellik faktörü ve gözenek boyutlarının arttığı, gözenek sayısının ise azaldığı tespit edilmiştir. Bu durum köpürme işlemi esnasında birkaç gözeneğin birleşmesi sonucu daha iri boyutlu gözeneklerin oluşma eğilimi ve ergiyik metalin viskozitesindeki azalmadan kaynaklanmaktadır. Düşük sıcaklıklarda ise B<sub>4</sub>C takviyeli köpürebilir AlSi7 malzemeler zayıf köpürme davranışı sergilediğinden, nispeten 750 °C köpürtme sıcaklığında numunelerde gözenek boyutu dağılımı diğerlerine oranla daha homojendir.

Köpürtme sıcaklığının artması ile parçacık/matris ara yüzey uyumunun arttığı görülmüştür. Ayrıca takviye elemanı ile matris arasında bir reaksiyon ürününe rastlanmamıştır.

## SEMBOLLER VE KISALTMALAR (SYMBOLS AND ABBREVIATIONS)

- $\rho$  Yoğunluk, g cm<sup>-3</sup>
- *ρr* Köpüğün bağıl yoğunluğu
- $\rho^*$  Köpük yoğunluğu, g cm<sup>-3</sup>
- $\rho s$  Hücre metalinin yoğunluğu, g cm<sup>-3</sup>
- $\rho_p$  Köpürebilir malzeme yoğunluğu, g cm<sup>-3</sup>
- *L* Numune boyutu, mm
- Gb Gözenek boyutu, mm
- Gozenek sayısı, adet
- *Kf* Küresellik faktörü
- *m*<sub>p</sub> Köpürebilir malzemenin havadaki ağırlığı, g
- $m_k$  Köpüğün havadaki ağırlığı, g
- $V_k$  Köpük hacmi, cm<sup>3</sup>
- $V_p$  Köpürebilir malzemenin hacmi, cm<sup>3</sup>

#### **TEŞEKKÜR** (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışmayı bilimsel araştırma projeleri kapsamında 07/2012-44 kodlu proje ile destekleyen Gazi Üniversitesi'ne teşekkür ederiz.

**DİPNOT:** Bu çalışma ''7. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansında'' sunulmuştur.

#### **KAYNAKLAR** (REFERENCES)

- 1. Baumaister, US patent (1992).
- Yu, C.J., Eifert, H.H., Banhart, J., Baumeister, J., "Metal foaming by a powder metallurgy method: Production, properties and applications", Materials Research Innovations, Cilt 2, No 3, 181–188, 1998.
- Banhart, J., "Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams", Progress in Materials Science, Cilt 46, No 6, 559-632, 2001.
- **4.** Baumgärtner, F., Duarte, I., Banhart, J., "Industrialization of powder compact foaming process", **Advanced Engineering Materials**, Cilt 2, No 4, 168-174, 2000.
- Banhart, J., "Metallic foams: challenges and opportunities", 3rd Euroconference on foams, emulsions and applications, Delft, Netherlands, 13-20, 5-8 June 2000,
- 6. Banhart, J., "Manufacturing routes for metallic foams", Journals of Materials, Cilt 52, No 12, 22-27, 2000.
- Banhart, J., "Aluminium Foams for lighter vehicles", International Journal of Vehicle Design, Cilt 37, No 2/3, 114-125, 2005.
- Kevorkijan, V., Skapin, S. D., Paulin, I., Sustarsic, B., Jenko, M., Lazeta, M., "Influence of the foaming precursor's composition and density on the foaming efficiency, microstructure development and mechanical properties of aluminium foams", Materials and Technology, Cilt 45, No 2, 95–103, 2011.
- 9. Degischer, H.P., Kriszt, B., "Handbook of Cellular Metals: Production, Processing and Applications", Wiley-VCH, Weinheim, 2002.
- Türker, M., "Production of ceramics reinforced Al foams by powder metallurgy techniques", Materials Science Forum, Cilt 672, 39-46, 2011.
- Sarajan, Z., Sedigh, M., "Influences of Titanium Hydride (TiH<sub>2</sub>) Content and Holding Temperature in Foamed Pure Aluminum", Materials and Manufacturing Processes, Cilt 24, No 5, 590–593, 2009.
- Matijasevic-Lux, B., Banhart, J., Fiechter, S., Görke, O., Wanderka, N., "Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture", Acta Materialia, Cilt 54, No 7, 1887–1900, 2006.

- Wübben, T., Stanzick, H., Banhart, J., Odenbach, S., "Stability of metallic foams studied under microgravity", Journal of Physics: Condensed Matter, Cilt 15, No: 1, 427–433, 2002.
- Zeppelin, F., Hirscher, M., Stanzick, H., Banhart, J., "Desorption of hydrogen from blowing agents used for foaming metals", Composites Science and Technology, Cilt 63, No 16, 2293–2300, 2003.
- Solórzano, E., Moreno, F. G., Babcsán, N., Banhart, J., "Thermographic monitoring of aluminium foaming process", Journal of Nondestructive Evaluation, Cilt 28, No 3, 141– 148, 2009.
- 16. Asavavisithchai, S., Opa, A., "Effect of TiC particles on foamability and compressive properties of aluminium foams", Chiang Mai Journal of Science, Cilt 37, No 2, 213-221, 2010.
- Gökmen, U., Türker, M., "Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinin alüminyum ve alumix 231 esasli metalik köpüğün köpürme özelliklerine etkisi", Journal of The Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, Cilt 27, No 3, 651-658, 2012.
- Güden, M., Yüksel, S., "SiC-particulate aluminum composite foams produced from powder compacts: foaming and compression behavior", Journal of Materials Science, Cilt 41, No 13, 4075–4084, 2006.
- **19.** Kennedy, A. R., Asavavisitchai, S., "Effect of ceramic particle additions on foam expansion and stability in compacted Al-TiH<sub>2</sub> powder precursors", **Advanced Engineering Materials**, Cilt 6, No 6, 400-402, 2004.
- 20. Kennedy, A.R., Asavavisitchai, S., "Effects of TiB<sub>2</sub> particle addition on the expansion, structure and mechanical properties of PM Al foams", Scripta Materialia, Cilt 50, No 1, 115–119, 2004.
- Uzun, A., Turker, M., "The investigation of mechanical properties of B<sub>4</sub>C reinforced AlSi7 foams", International Journal of Material Research, Cilt 106, No 9, 970-977, 2015.
- 22. Duarte, I., Banhart, J., "A study of aluminium foam formation-kinetics and microstructure", Acta Materialia, Cilt 48, No 9, 2349-2362, 2000.
- 23. Esmaeelzadeh, S., Simchi, A., "Foamability and compressive properties of AlSi7–3 vol.% SiC–0.5 wt.% TiH<sub>2</sub> powder compact", Materials Letters, Cilt 62, No 10-11, 1561–1564, 2008.
- 24. Park, S.H., Hur, B.Y., "A study on the viscosity and surface tension in molten Al and the effect of additional elements", 3rd International Conference on Cellular Metals and Metal Foaming Technology, Berlin, Germany, 123-128, 23-25 June 2003.
- Murray, J.L., McAlister, A.J., "The Al-Si (Aluminum-Silicon) system", Bulletin of Alloy Phase Diagrams, Cilt 5, No 1, 74-75, 1984.

- 26. Babscan, N., Leitlmeier, D., Degischer, H.P., "Foamability of particle reinforced aluminum melt", Materials Science and Engineering Technology, Cilt 34, No 1, 22-29, 2003.
- Kadoi, K., Nakae, H., "Relationship between foam stabilization and physical properties of particles on aluminum foam production", Materials Transactions, Cilt 52, No 10, 1912-1919, 2011.
- **28.** Davis, J. R., "**ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys**", ASM International, 1993.
- **29.** Campana, F., Pilone, D., "Effect of wall microstructure and morphometric parameters on the crush ehavior of Al alloy foams", **Materials Science and Engineering A**, Cilt 479, No 1-2, 58–64, 2008.
- 30. Simancik, F., Behulova, K., Bors, L., "Effect of ambient atmosphere on metal foam expansion", 2nd International Conference on Cellular Metals and Metal Foaming Technology, Bremen, Germany, 89, 18-20 June 2001.