



Makale / Research Paper

Borik Asit (H_3BO_3) Kullanılarak Üretilen Saf Çinko ve Çinko Alaşımı (ZA27) Köpük Malzemelerin Basma Davranışlarının İncelenmesi

Neşe ÖZTÜRK KÖRPE^{a*}, Seda KİREMİTÇİ^b

^aEskişehir Osmangazi Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 26040, Eskişehir/TÜRKİYE

^bEskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, 26040, Eskişehir/TÜRKİYE

*neseoz@ogu.edu.tr

Received/Geliş: 13.09.2021

Accepted/Kabul: 15.11.2021

Öz: Bu çalışmada, toz metalürjisi yöntemi kullanılarak ağırlıkça %50 boşluk oluşturuçu olarak borik asit (H_3BO_3) ilavesiyle üretilen saf Zn ve Zn alaşımı (ZA27) köpük malzemelerin, makro yapısal ve mikro yapısal karakterizasyonu yanı sıra basma mukavemetleri araştırılmıştır. Köpük malzemelerden saf Zn köpükler, 300, 420 ve 630 MPa'lık farklı basınçlarda, Zn alaşımı köpük malzemeleri 630 MPa basınçta preslenmiş ve 70 dk. boyunca 350 ° C'de sinterlenerek elde edilmişlerdir. Bu köpüklerden başarılı olarak elde edilen köpük malzemelerin 0.5 mm/dk basma hızındaki mekanik davranışları incelenmiştir. Sonuçlar, ZA27 alaşımı köpük malzeme için akma geriliminin ve plato geriliminin sırasıyla 7 MPa ve 6 MPa değerlerinde olduğunu göstermektedir. %40 ve %46 gözeneklilik içeren saf Zn ve ZA27 alaşımı köpük numuneleri 85 µm ve 600 µm ortalama hücre boyutlarıyla başarıyla üretilmiştir. Köpük numunelerdeki fazların morfolojisi ve kimyasal bileşimi, Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM), Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi (EDX) ve X-ışını kırınımı (XRD) kullanılarak araştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: Toz Metalürjisi; Çinko alaşımı (ZA27) Köpük Malzemeler; Borik Asit(H_3BO_3); Basma Mukavemeti, Enerji Emilimi

Investigation of the Compressive Behaviours of Pure Zinc and Zinc Alloy (ZA27) Foam Materials Produced Using Boric Acid (H_3BO_3)

Abstract: In this study, the macrostructural and microstructural characterization as well as compressive strength of pure Zn and Zn alloy (ZA27) foam materials produced by the addition of 50% boric acid (H_3BO_3) as a space holder by powder metallurgy method were investigated. Pure Zn foams were pressed at different pressures of 300, 420 and 630 MPa and Zn alloy foam materials pressed at 630 MPa pressure and both pure Zn and Zn alloy foam materials were sintered at 350 ° C for 70 minutes. The mechanical behaviors of the foam materials obtained successfully from these foams were investigated at a compression rate of 0,5 mm/min. The results show that the yield stress and plateau stress for the ZA27 alloy foam material were 7 MPa and 6 MPa, respectively. Pure Zn and ZA27 alloy foam samples containing 40% and 46% porosity were successfully produced with average cell sizes of 85 µm and 600 µm, respectively. The morphology and chemical composition of the phases in the foam samples were investigated using Scanning Electron Microscopy (SEM), Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) and X-ray diffraction (XRD).

Keywords: Powder Metallurgy; Zinc Alloy(ZA27) Foam Materials; Boric Acid(H_3BO_3); Compressive Strength; Energy Adsorption

Bu makaleye atıf yapmak için

Körpe, N.Ö., Kiremitçi, S., "Borik Asit (H_3BO_3) Kullanılarak Üretilen Saf Çinko ve Çinko Alaşımı (ZA27) Köpük Malzemelerin Basma Davranışlarının İncelenmesi" El-Cezeri Fen ve Mühendislik Dergisi 2022, 9(2); 656-668.

How to cite this article

Körpe, N.O., Kiremitçi, S., "Investigation of the Compressive Behaviours of Pure Zinc and Zinc Alloy (ZA27) Foam Materials Produced Using Boric Acid (H_3BO_3)" El-Cezeri Journal of Science and Engineering, 2022, 9.(2); 656-668.
ORCID: "0000-0002-6868-8126, "0000-0001-2345-6789

1. Giriş

Doğada, bitkilerin ve hayvanların vücudunu tutan malzemeler genellikle hücresel yapıdadır. Bu yapılarda katı malzemeyi tutan birbirine bağlı dikmeler, duvar ağları ve boşluklar mevcuttur. Michail F. Ashby, bu hücresel malzemelerin araştırma ve gelişimini şiirsel olarak aşağıdaki şekilde ortaya koymuştur [1];

"Modern insan büyük yük taşıyan yapılar inşa ettiğinde,
Yoğun katı maddeler, çelik, beton, cam kullanır.
Doğa, büyük yük taşıyan yapılar inşa ettiğinde,
Genellikle hücresel malzemeler kullanır: tahta, kemik, mercan.
Bunun için iyi bir neden olmalıdır. "

Hafif ve rijit malzemeler genellikle bu grubun üyesidir ve yapay malzemeler de kullanılmaktadır. Bu tür yapılar oluşturulurken, istenilen özelliklerin elde edilmesi için gözeneklerin şekli ve boyutu değiştirilebilir. Farklı olumlu malzeme özelliklerini bir araya getirerek, çok fonksiyonlu malzemeler, örneğin ısıya dayanıklı ve enerji emici hale getirilir. Metalik köpükler, düşük ağırlıkta yüksek mukavemet, ayarlanabilir gerilim seviyesinde yüksek enerji emilim kapasitesi, düşük ısı iletkenlik, iyi elektrik iletkenliği, etkili elektromanyetik koruyuculuk, ses ve titreşim sönümlenme gibi çeşitli özelliklere sahiptirler. Metalik köpüklerin bu özelliklerinden dolayı özellikle otomotiv, demir yolu taşımacılığı, gemi yapımı, hafif konstrüksiyonlar, uçak ve uzay sanayi gibi alanlarda kullanımına ilişkin yoğun çalışmalar devam etmektedir [2-3]. Metalik köpüklerin farklı üretim yöntemleri vardır. Bunlar arasında en yaygın olarak ergiyik içerisine gaz enjekte edilmesi, ergiyik içerisine köpürtücü madde ilavesi ve toz metalürjisi yöntemleri sayılabilir [4-5].

Metal tozlarının sinterlenmesi yöntemi ile üretilen köpük malzemeler nispeten düşük gözeneklilik oranında (tipik olarak %30 ila %50 arasında) metal tozlarının sıkıştırılıp aşamalı olarak sinterlenmesiyle elde edilmektedir. Gözenekli yapı, ara malzemeli ve ara malzemesiz olmak üzere iki ayrı yöntemle elde edilebilmektedir. Yer tutucu ilave yöntemi de denilen ara malzemeli yöntemde gözeneklilik, metal tozlarının ara malzeme ile harmanlandıktan sonra, sinterleme esnasında ara malzemenin uçup gitmesi ile elde edilmektedir [6]. Metalik gözenekli malzemeler darbe enerjisini sönümlenme özelliği nedeniyle özellikle otomotiv endüstrisinde şase kısmında, kapı direkleri, tampon gibi darbeye maruz kalan bölgelerde, ayrıca hafiflikleri sebebiyle kapı, panel gibi parçalarda kullanımı üzerine gelişmeye yönelik çalışmalar yapılmaktadır [7-8].

Metal köpük ile doldurulmuş çelik profillerde alüminyum köpük kullanıldığında, yüksek köpükleştirme sıcaklığına bağlı olarak profil malzemesinin özellikleri üzerinde negatif etkiye (ısı işlemle elde edilen mukavemetin azalması, yüzeyde istenmeyen yapı değişiklikleri) sahiptir ve potansiyel korozyon problemi oluşturur. Çinko ve alaşımları alüminyum yerine kullanıldığında, bu problemler önemli ölçüde azaltılabilir; çünkü çinko daha düşük ergime sıcaklığına sahiptir ve çelikle birlikte korozyon direncine uyumludur [9]. Çinko-Alüminyum (ZA) alaşımı köpükleri, yüksek aşınma dirençleri ve yağlama gibi özellikleri ile diğer metal köpüklere göre avantajlıdır. Çeşitli araştırmacılar ZA alaşımlarının yatak ve burçta kullanım malzemesi olarak bronz, dökme demir ve Al yerine kullanılabileceğini bildirmişlerdir. ZA alaşımları, alüminyum içeriğine göre farklılık gösteren ZA12, ZA22 ve ZA27 alaşımlarını içermektedir. ZA alaşımlarının bu üç sınıfı arasında ZA27, mükemmel akma dayanımı göstermektedir ve daha iyi mekanik özelliklere sahiptir. Bu özelliklerinden dolayı son dönemlerde bu alaşıma ilgi artmıştır [10]. Kitazono ve Takiguchi, ZA22 köpüklerinin gerilim oranı duyarlılık üssünün ve enerji emiliminin, aynı yoğunluğa sahip olan geleneksel alüminyum köpüklerden daha fazla olduğunu gözlemlemişlerdir [11]. Aynı zamanda bu alaşımın, yüksek sıcaklıkta deformasyona maruz kaldığında alüminyum köpük malzemelere göre daha fazla uzamaya sahip olduğunu bulmuşlardır [12]. ZA27 alaşım köpüğü, diğer çinko alaşımlarına göre daha yüksek akma gerilimi (~300 MPa), yüksek sıcaklıkta daha yüksek mukavemet ve daha iyi darbe dayanıklılığı nedeniyle iyi bir enerji emici malzeme olarak

bilinmektedir. Zn köpük, bu özelliklerinin yanı sıra pillerde ve kimya endüstrisinde uygulamalara sahiptir.

Yapısal malzemelerin en önemli özelliklerinden biri doğrusal elastik davranışlarıdır. Metalik köpükler birçok yapısal işlev gerektiren uygulamalarda kullanıldığından performanslarını belirleyen en önemli parametreleri, elastik modülü ve basma mukavemetidir. Basma yükleri birçok uygulama alanında malzemelerin maruz kaldığı yük türüdür. Dolayısıyla yük taşıyıcı uygulamalarda kullanılan malzemelerin basma yükü altındaki davranışlarını belirleyecek testler uygulamak gerekir. Belirli durumlarda basma testleri diğer mekanik test yöntemleri ile karşılaştırıldığında avantaj sağlar [13].

Zn alaşımlı köpüklerin yapısal ve mekanik özelliklerinin incelenmesi, son yıllarda önemli bir ivme kazanmıştır. Yayınlanan araştırmaların çoğu, gaz açığa çıkaran ajan yöntemleriyle üretilen Zn alaşımlı köpüklere odaklanmıştır. Literatürdeki çalışmalarda, toz metalürjisi yönteminde ZrH_2 [14] veya MgH_2 [15], karıştırmalı döküm yönteminde (ALPORAS işlemi) CaH_2 veya $CaCO_3$ [16] köpürtme ajanı olarak kullanılmıştır. Bu çalışmalarda köpükleştiriciden gaz ürünlerin uzaklaştırılması ile (örneğin TiH_2 / CaH_2 ayrışmasından gelen H_2 , $CaCO_3$ ayrışmasından gelen CO_2) gözenekler elde edilmiştir. Sahu ve arkadaşları, köpürme ajanı olarak CaH_2 'yi kullandıkları ergitme yöntemiyle ZA27 / SiC kompozit köpüğünü geliştirmişlerdir. Yapmış oldukları çalışmalarda yüksek sıcaklıklar ve oda sıcaklığında mekanik testleri sonucunda, kompozitin enerji emilim kapasitesini ($4,7 MJ/m^3$) ve plato gerilimini (1-7MPa) belirlemişlerdir [17-18].

Körpe ve arkadaşları, ilk kez boşluk oluşturuculara alternatif olarak borik asidin (H_3BO_3) kullanılabildiğini gösteren çalışmalarında; alüminyum köpükler için ~%50 gözeneklilik ve 18 MPa plato gerilimi elde edebilmişlerdir [19]. Bu çalışmanın sonuçları benzer çalışmalardan elde edilen sonuçlarla karşılaştırıldığında, plato geriliminde yaklaşık dört kat artış sağlanmıştır. Borik asidin ayrışması sonucu ortaya çıkan boroksit (B_2O_3) bileşiğinin gözenek duvarlarını çevrelemesi sonucu mukavemet artışı sağlanmıştır. Mevcut çalışmada, aynı yöntemle Zn ve Zn alaşımından farklı başlangıç presleme basınçlarında ve boşluk oluşturucu olarak borik asit kullanılarak gözenekli malzemeler üretilmiştir. Üretilen gözenekli malzemelerin mikro ve makro yapısal karakterizasyonunun yanı sıra basma testleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen mukavemet değerleri, literatürde yer tutucu ilave yöntemi [6] ile aynı gözeneklilik oranına sahip Zn köpük üretimi çalışması olmadığından farklı yöntemle elde edilen Zn köpüklerle karşılaştırıldığında mukavemet özelliklerinde ve plato gerilimi değerlerinde özellikle saf Zn matrisine sahip metal köpüklere (0,3-6 MPa) göre önemli sonuçlar kaydedilmiştir [18].

Çeşitli metallerin köpük üretimi üzerine çok sayıda araştırma yapılmış olsa da, Zn gibi düşük ergime sıcaklıklı metal köpüklerin üretimi yeterince çalışılmamıştır. Yapılan çalışmalar da daha önce bahsedildiği gibi ergitme yöntemi üzerine yoğunlaşmıştır. Mevcut çalışmada kullanılan yer tutucu ilave yöntemi ile ilgili sınırlı oranda literatür bulunmaktadır. Çinko köpük malzemelerde Borik asidin (H_3BO_3) alternatif boşluk oluşturucu olarak kullanıldığı bu çalışmada elde edilen olumlu sonuçlar ile malzeme tasarımında kullanım çalışmaları yapılarak araştırma ileri boyuta taşınabilir. Böylelikle özellikle dünya bor rezervlerinin %72'sine sahip olan ülkemizin ekonomisine katkı sağlama amacıyla bor ürünleri değerlendirilebilir, aynı zamanda metalik köpük malzemelerin üretim maliyetinin fazla olması sebebiyle farklı katkı maddeleri katılarak üretim maliyetleri en aza düşürülebilir.

2. Materyal ve Metod

Bu çalışma kapsamında kullanılan metal tozları (Tablo 1) Alfa Aesar firmasından sağlanmıştır.

Tablo 1. Kullanılan metal tozları.

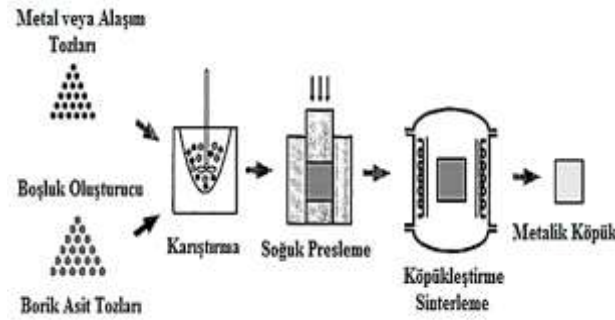
Kullanılan Metal Tozu	Boyutu(μm)	Saflık (%)
Zn	<45	99,9
Al	<45	99,5
Cu	<45	99

Boşluk oluşturuıcı olarak kullanılan borik asit(H_3BO_3) (BA) Eti Maden Kırka Bor İşletmelerinden temin edilmiştir. Borik asitin XRF (X-Işını Floresans Spektrometresi) analizi Tablo 2’de verilmiştir. Elek analizi ile borik asitin(H_3BO_3) boyutu >500 μm olarak ölçülmüştür.

Tablo 2. Borik Asitin XRF Analizi (ETİBANK A.Ş.).

İçerik	Birim	Değer
B_2O_3	%	56,25 min.
Safiyet	%	99,90 min.
SO_4	ppm	500 maks.
Cl	ppm	10 maks.
Fe	ppm	7 maks.

Köpük malzeme üretimi için üretim aşamaları sırasıyla tozların karıştırılması, preslenmesi ve sinterlenmesi şeklindedir (Şekil 1).

**Şekil 1.** Çalışma Kapsamında Köpük Malzeme Üretim Aşamaları

Tozlar 200 rpm hızında 1 saat boyunca değirmende karıştırıldıktan sonra preslenmiş ve daha sonra sinterlenerek köpük üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde, toz malzeme (metal veya alaşım) ve köpük yapıcı madde (borik asit, H_3BO_3), belirlenen oranlarda eldivenli kabin içinde argon atmosferi altında karıştırıldıktan sonra, yine belirlenen presleme basıncında el presinde presleme ile köpükleşecek yoğun yapıya sahip yarı ürün haline getirilmiştir. Daha sonra bu yarı ürün uygun işlem sıcaklıklarında ve sürelerinde sinterlenmiştir. 500-1000 μm boyutlarında ağırlıkça %50 oranında borik asit (H_3BO_3) içeren saf Zn tozlarından elde edilen toz karışımı 300MPa (ZK1), 420MPa (ZK2) and 630 MPa(ZK3) basınçlarda preslenerek numuneler hazırlanmıştır. Numuneler, köpükleşme için 130 °C’de 30 dk ve sinterleme için 350 °C’de 70 dk’lık işleme tabi tutulmuşlardır. Köpükleşme sıcaklığı borik asidin suyunun uzaklaştığı sıcaklığa [19], sinterleme sıcaklığı ise Zn’nun sinterlenme sıcaklıklarına ($0.75 T_{\text{Ergime}}$) göre belirlenmiştir. Bu numunelerin makro yapısal ve mikro yapısal karakterizasyonu ve statik basma testleri gerçekleştirilmiştir.

ZA27 alaşımı köpük numunelerinin hazırlanmasında başlangıç malzemesi olarak elementel Zn, ağırlıkça %27,5 Al ve ağırlıkça %2,2 Cu tozları kullanılmıştır [20]. Mekanik alaşımlama işlemi, gezegen öğütücüde yapılmıştır. Oksitlenmeyi engellemek amacıyla tüm metal tozları, argon atmosferinde eldivenli kabin içerisinde tartılmış ve viallere yerleştirilmiştir. Paslanmaz çelik vial ve bilyeler kullanılmıştır. Kullanılan bilyeler 6 mm ve 5 mm çaplarında sırasıyla ağırlıkça %20 ve %80 oranındadır. Bilyeli değirmende toz taneleri yüksek enerjili çarpışmalara maruz kalırlar bu da

tanelerin birbirine soğuk kaynaklanmasına ve kırılmasına neden olur. Bu nedenle ZA27 alaşımının üretiminde ağırlıkça %2 oranında stearik asit proses kontrol elemanı olarak kullanılmıştır.

Öğütme 15 saatte gerçekleştirilmiş ve fazla ısınmanın önlenmesi amacıyla mekanik alaşımlama 30 dk ileri yönde öğütme, sonra 15 dk soğutma ve sonra 30 dk ters yönde öğütme şeklinde yapılmıştır. Tablo 3'te mekanik alaşımlama parametreleri ayrıntılı olarak sunulmuştur.

Tablo 3. ZA27 Alaşımının üretiminde mekanik alaşımlama parametreleri.

Bilye-Toz[-]	Hız [rpm]	Süre [saat]	Ağırlıkça % Proses Kontrol Elemanı[-]
10	250	8	2

Üretilen ZA27 alaşımı tozlarına ağırlıkça %50 oranında borik asit gözenek oluşturucu olarak ilave edilmiştir. Daha sonra bu toz karışımları, silindirik kalıplarda tek eksenli pres ile 630 MPa (ZAK) basıncında yaklaşık 10 mm çaplarında peletler haline getirilmişlerdir. Her pelet için 2 g'lık toz karışımı kullanılmıştır. Saf Zn ve ZA27 alaşımı köpük malzemelerde köpüklenme için 130 °C'de 30 dk ve sinterleme için 350 °C'de 70 dk'lık işlem rejimi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen numunelerin gözeneklilik oranı ve basma davranışları belirlenmiştir.

Sinterleme, Protherm marka atmosfer kontrollü tüp fırında argon gazı altında 5°C/dk ısıtma hızında belirlenen sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir. Üretilen köpüklerin teorik yoğunlukları geometrik yöntem ile belirlenmiştir [21]. Görünür hacmin geometri yöntemi ile belirlenmesinde numunelerin çapları ve yükseklikleri dijital kumpas ile hassas şekilde ölçülmüş ve hacmi hesaplanmıştır. Ohaus marka dijital terazi ile ölçülen numunenin ağırlığı görünür hacmine bölündüğünde yoğunluğu bulunmuştur. Toz metalürjisi ile elde edilen metalik köpüklerin, metalografik incelemeler için ortadan enine kesitleri alınmıştır ve numunelerin yüzeyleri, sırasıyla 180, 400, 800, 1200'lük zımparalarda zımparalanmıştır.

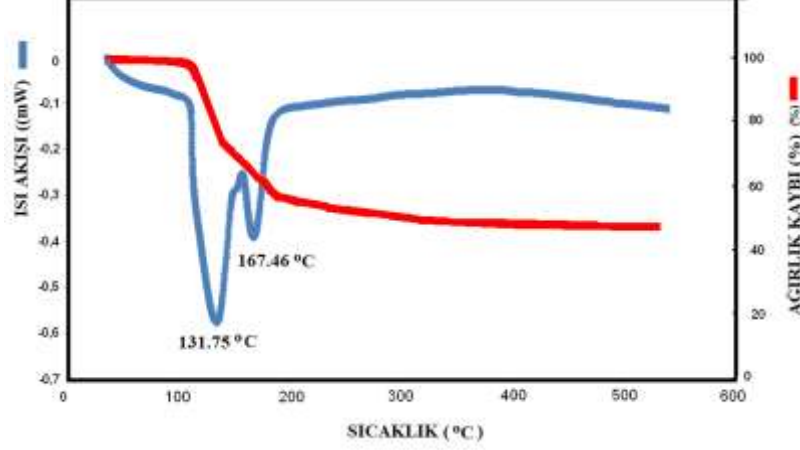
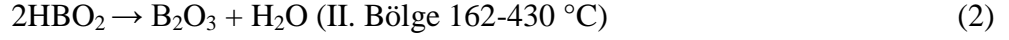
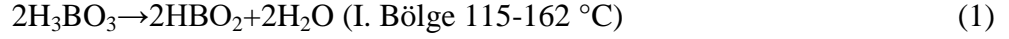
Numunelerin gözenek boyutları ve şekilleri, Jenoptic Progres CF Scan stereo mikroskopta makro fotoğrafları üzerinden belirlenmiştir. Köpük numunelerde oluşan fazlar, Afyon Kocatepe Üniversitesi Teknoloji Uygulama Laboratuvarı'ndaki Bruker Marka D8 Advance model X difraktometresi (XRD) ile saptanmıştır. Gözenek duvarları, şekli ve elementel kimyasal analizleri gibi incelemeler için JEOL JSM 5600LV marka Eskişehir Osmangazi Üniversitesi'ne ait taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi (EDX) kullanılmıştır.

Numunelere ASTM E9-89a standardına göre basma testleri uygulanmıştır. Ancak literatürde basma testi için kullanılan köpük malzemelerin numune boyutları oranı (Uzunluk/Çap \approx 1,5), gözenek yapısından dolayı standartlara göre daha düşüktür [22]. Bu malzemelere uygulanan kuvvetle birlikte, plato bölgesinde gözeneklerin çökme özelliği nedeniyle geometrik eğilmenin bu şekilde en aza indirildiği düşünülmektedir. Basma testi, oda sıcaklığında yaklaşık 15 mm uzunluğunda, 10 mm çapındaki dairesel kesitli (Uzunluk/Çap \approx 1,5) numunelere 0,5 mm/dk hızında Shimadzu AG-IS cihazı kullanılarak uygulanmıştır. Basma testi sonucu üç adet aynı numunelerden alınan değerlerin ortalaması alınarak \pm 2 MPa sapma değeri ile gerilim-deformasyon olarak işlenmiştir. Köpük malzemelerde gözenek boyutu ölçümleri, birer numuneden kesit alındıktan sonra stereo-mikroskop görüntüsü üzerinde gerçekleştirilmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

Bor ürünlerinden borik asit(H₃BO₃), boşluk oluşturucu olarak kullanılarak köpük malzemeler elde edilmiştir. Borik asidin artan sıcaklıkla yapısında meydana gelen değişimi belirlemek amacıyla daha önce Körpe ve arkadaşlarının borik asit için yapmış oldukları diferansiyel termal analizden (DTA) faydalanılmıştır [19] (Şekil 2). Borik asit tozunun termogravimetrik analizi sonucunda 20-550°C

arasında %43,78 ağırlık kaybı olduğu belirlenmiştir. Bu da %43,67'lik teorik ağırlık kaybı ile tutarlıdır [19]. Literatürde borik asit için verilen dönüşüm bölgeleri aşağıdaki reaksiyonlarla verilmiştir [23]:



Şekil 2. Borik asitin diferansiyel termal analiz verileri [18]

Elde edilen köpük numunelerin gözenekliliği, sinterleme öncesi başlangıç yoğunluğu ve sinterleme sonrası teorik yoğunluk

$$\text{Gözeneklilik}(\%) = [(\rho_b - \rho_s)/\rho_b] \times 100 \quad (3)$$

eşitliği kullanılarak hesaplanmış ve karşılaştırmalar yapılmıştır. (3) eşitliğinde ρ_b başlangıçtaki yoğunluk, ρ_s sinterleme sonrası teorik yoğunluktur.

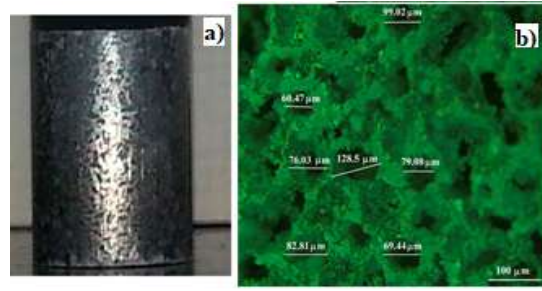
Çinko-borik asit karışımındaki Zn ve borik asitin ağırlık yüzdesi ve yoğunlukları kullanılarak

$$\rho_{\text{Zn-BA}} = [(M_{\text{Zn}} + M_{\text{BA}})] / [(M_{\text{Zn}}/\rho_{\text{Zn}}) + (M_{\text{BA}}/\rho_{\text{BA}})] \quad (4)$$

Zn-Borik asit karışımının yoğunluğu hesaplanmıştır. Burada $\rho_{\text{Zn-BA}}$ Zn ve borik asit karışımının hesaplanan yoğunluğu ρ_{Zn} ve ρ_{BA} sırasıyla Zn ve borik asitin yoğunluğu M_{Zn} ve M_{BA} , Zn ve borik asitin ağırlık kesirleridir ($\rho_{\text{Zn}} = 7,14 \text{ g/cm}^3$ ve $\rho_{\text{BA}} = 1,435 \text{ g/cm}^3$). Ağ. %50 borik asit içeren Zn/borik asit karışımının yoğunluğu $\sim 2,389 \text{ g/cm}^3$ olarak hesaplanmıştır.

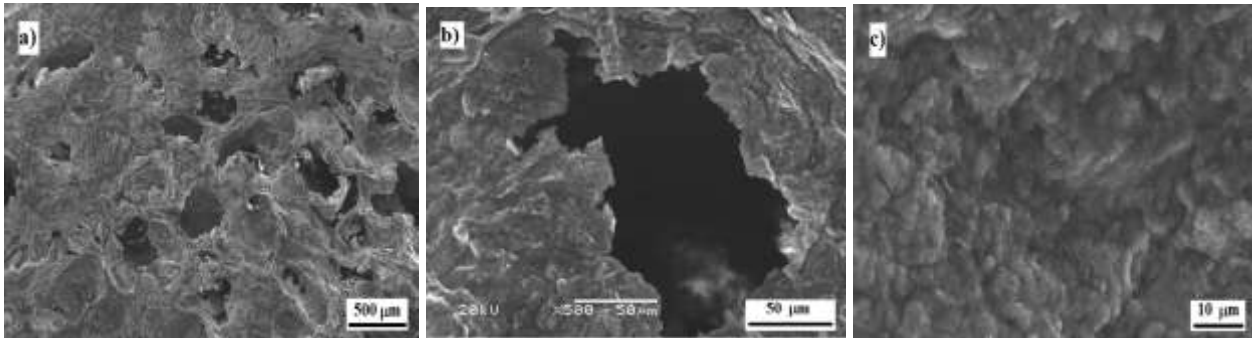
(4) numaralı eşitlik kullanılarak benzer şekilde ZA27 alaşımı ve borik asit karışımının hesaplanan yoğunluğu, ZA27 alaşımının ve borik asitin yoğunlukları ($\rho_{\text{ZA27-BA}} = 5 \text{ g/cm}^3$ ve $\rho_{\text{BA}} = 1,435 \text{ g/cm}^3$) ile ağırlık kesirleri temel alınarak ZA27 köpüğünün yoğunluğu $\sim 2,23 \text{ g/cm}^3$ olarak hesaplanmıştır. Burada ZA27 alaşımı/borik asit oranı 1:1 olarak belirlenmiştir.

Saf çinko köpükler için sinterleme sonrası elde edilen numunelerin nihai görünüm ve stereo-mikroskop görüntüsü Şekil 3 ile verilmiştir. ZK1 ve ZK2 numunelerinden yeterli özelliklere sahip köpük malzeme elde edilememiştir. ZK3 köpüğünde başarılı gözenekli yapılar elde edilmiştir (Şekil 3.a).



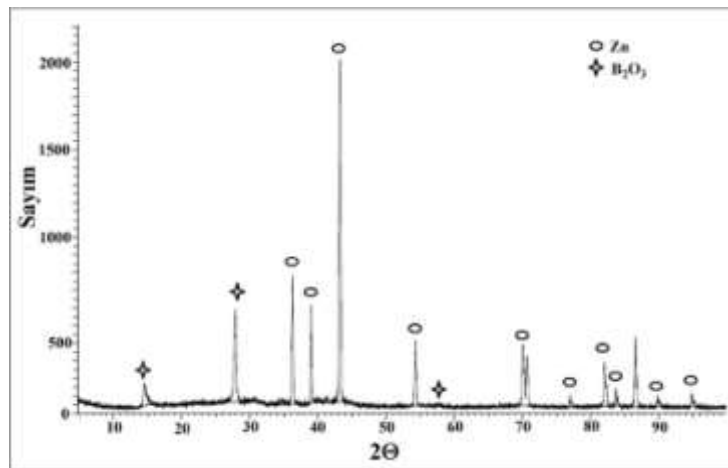
Şekil 3. 630 MPa basınçta preslenmiş saf Zn köpüğün (ZK3) a) Makro görüntüsü b) Stereomikroskop görüntüsü ve gözenek boyutları

ZK3 numunesinden 7 adet gözenek ölçümü alınarak ortalama gözenek boyutu $85 \pm 5 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür (Şekil 3.b). Aynı numune için (3) ve (4) denklemleri kullanılarak gözeneklilik değeri $\sim\%40$ olarak hesaplanmıştır. Bu numunelerin SEM görüntülerinden açık ve kapalı hücrelere sahip köpüğün elde edildiği gözlenmiştir (Şekil 4.a). Hücre duvarında mikro gözenekler gözlenmiştir (Şekil 4.b). Hücre duvarından alınan SEM görüntülerinde sinterleşmiş taneler de görülmektedir (Şekil 4.c).



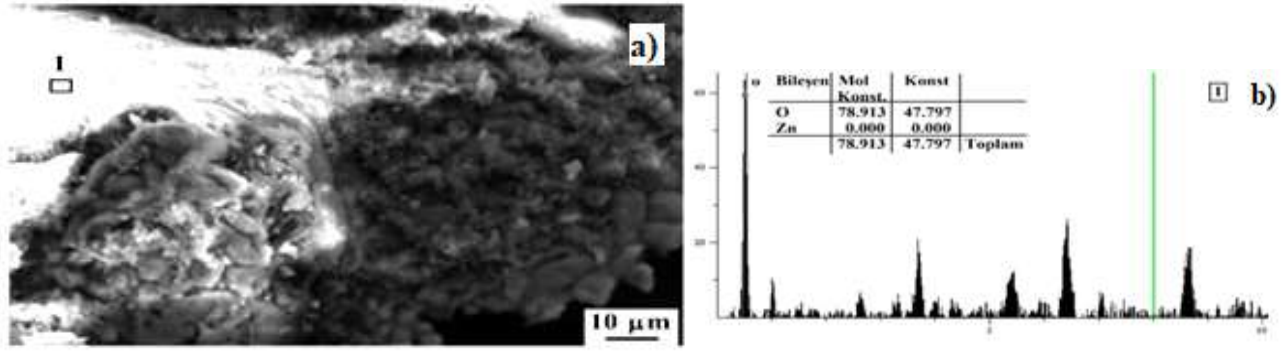
Şekil 4. 630 MPa basınçta preslenen saf Zn(ZK3) Köpük numunelerinin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri a) 35X, b) 500X, c) 1500X

ZK3 köpük numunelerin XRD analizinde bor oksit(B₂O₃) oluşumu tespit edilmiştir (Şekil 5).



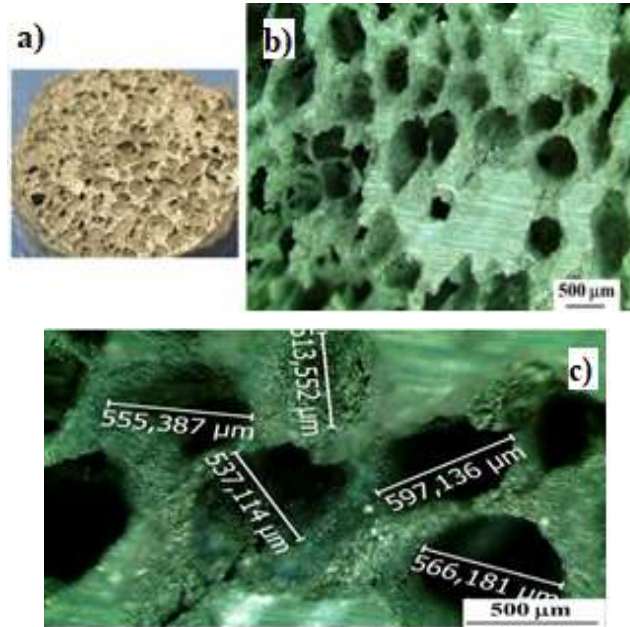
Şekil 5. 630 MPa basınçta preslenen saf Zn (ZK3) köpük numunelerinin XRD analiz sonuçları

Ayrıca saf Zn köpük numune üzerinde hücre duvarını sarmış şekilde görüntülenmiş (Şekil 6.a) açık renkli bölgeden alınan EDX analizi sonucunda (Şekil 6.b) Zn içermeyen oksidin bor oksit olduğu XRD analizi(Şekil 5) ile desteklenmiştir.



Şekil 6. Saf Zn köpük malzemenin a) Hücre duvarından alınan SEM görüntüsü ve b) Açık alan üzerinde yapılan EDX analizi

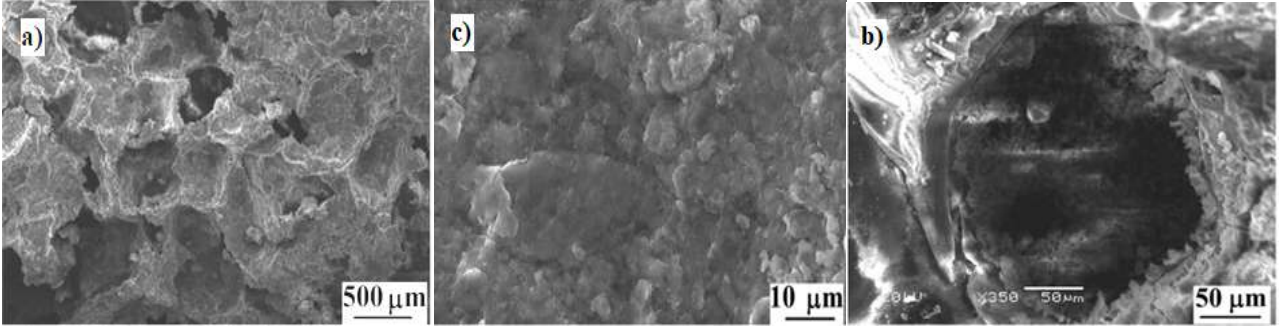
Çalışma sonunda ZA27 alaşımı tozları %50 Borik asit tozları ile karıştırılarak 630 MPa presleme basıncı ile preslenerek ve sinterlenerek gözenekli yapı elde edilebilmiştir (Şekil 7.a).



Şekil 7. ZA27 Alaşım köpük numunelerinin (ZAK) a) Makro, b) Stereo-mikroskop görüntüsü, c) Stereomikroskop görüntüsü üzerinde gözenek boyutu ölçümü

ZAK köpük malzeme üzerinden alınan 10 adet ölçümün ortalamasından gözenek boyutu $600 \pm 4 \mu\text{m}$ olarak ölçülmüştür (Şekil 7.b-c). Eşitlik (3) ve (4) ile verilen formüller kullanılarak hesaplanan gözeneklilik oranı $\sim\%46$ olarak bulunmuştur.

Taramalı elektron mikroskobu kullanılarak görüntülenen ZA27 alaşımın köpük yapısı Şekil 8 ile gösterilmiştir. Zn alaşımı köpüğünün bazı bölgelerde kapalı bazı bölgelerde açık gözenekler içerdiği görülmektedir (Şekil 8.a). Şekil 8.b'de tek gözenek görüntülenmiş olmakla birlikte, bu gözenegin iç çeperinden alınan SEM görüntüsünde tanelerin sinterlenerek birleştikleri görülmektedir (Şekil 8.c).

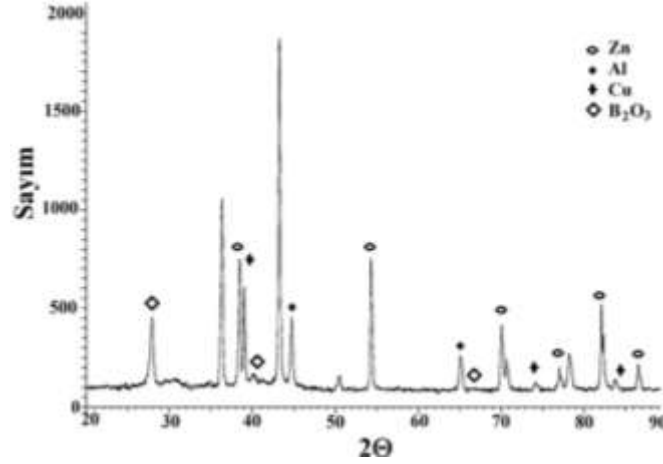


Şekil 8. ZA27 Alaşımı köpükten (ZAK) alınan farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri, a)35X, b) 500X, c) 1500X

ZAK numunesinin XRD analizinde de bor oksit(B_2O_3) oluşumu tespit edilmiştir (Şekil 9).

Zn köpüğün tipik bir basma gerilim- gerinim eğrisi üç aşamada gösterilebilir [24]:

- I. Evre: Elastik Bölge
- II. Evre: Plastik Çöküş (Plato Bölgesi)
- III. Evre: Son Yoğunlaşma Bölgesi



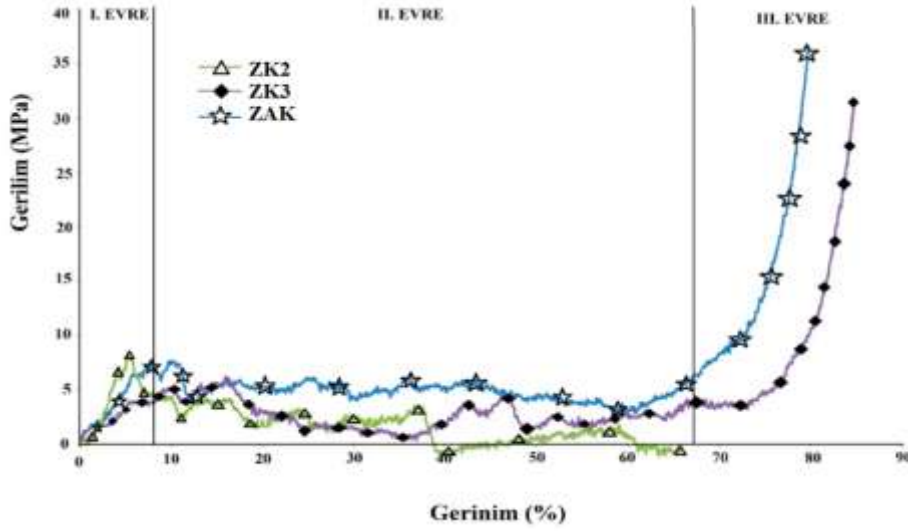
Şekil 9. ZA27 Alaşımı köpük numunesinin (ZAK) XRD analizi sonucu

Yükleme eğrisindeki başlangıç aşamasında, yaklaşık olarak doğrusal deformasyona sahip olan elastik bölge oluşmaktadır. İkinci aşama boyunca, gözenekler sıkıştırılır, bozulur ve belirli bir gözenek çöküşü gerçekleşir yani genişletilmiş çöküş platosunun miktarına kadar gerilim seviyesi nispeten sabit bir değerde olur. Böylece, yapısal uygulamalar için önemli olan bu bölgede enerji emilimi gözlemlenebilir.

Metalik köpüklerde kırılma veya kusurlu hücre duvarlarının, yerel bantta gerilim sertleşmesi olmaksızın elastik olarak çöktüğünü ve gerilim dalgalanmasıyla süresiz deformasyona neden olduğunu belirtmek gerekir [25]. Üçüncü aşamada, malzeme davranışının, sıkıştırma altındaki bir toplu madde davranışına dönüştüğü gerçeği göz önüne alındığında, gerilim önemli ölçüde artmaya başlar. Sıkıştırma basıncının, takip eden sinterleme aşamasında oluşan metal tozu parçacıkları arasındaki bağlanma üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğu iyi bilinmektedir. Bu çalışmada düşük basınçla preslenen ZK1 köpük malzemenin basma davranışı grafiğine göre elastik bölge, yıkılma platosu görülebilir ancak numunede yeterli sinterleme elde edilemediğinden değerler sıfıra düşmüş ve deney tamamlanamamıştır.

Borik asit ile köpükleştirme yöntemi ile ZK2 numunelerinde gözenekli yapı elde edilmiş ancak mukavemet sağlanamamıştır. ZK3 numunelerinde ise basıncın artırılması ile sinterlenme

özelliklerinde iyileşme sağlanmış ancak basma grafiğinden görüldüğü üzere plato gerilimi değerleri eksilere düştüğünden yeterli mukavemet özellikleri elde edilememiştir (Şekil 10).



Şekil 10. Ağ. %50 Borik asidin köpükleştirici olarak kullanıldığı saf Zn ve ZA27 alaşımı köpük numunelerin basma davranışları

Köpüklerin enerji emilimi, literatürde belirtilen yöntem kullanılarak gerilim-gerinim eğrilerinden hesaplanmaktadır [26]. Enerji emilimi kapasitesi, W , gerilim-gerinim eğrilerinde yoğunlaşma başlangıcından önce, plato bölgesi altındaki 0,6 gerinime kadar olan alanından (basma testi sırasında köpük malzeme tarafından emilen toplam kinetik enerji olarak da tanımlanır) hesaplanmıştır ve bu ifade

$$W = \int_0^{\varepsilon} \sigma d\varepsilon \quad (5)$$

eşitliği ile formüle edilmiştir. Burada σ ve ε sırasıyla basma mukavemeti ve gerinimidir.

%50 Borik asit içeren Zn köpük numunelerden, 630 MPa presleme basıncında preslenen numuneler için başarılı köpük üretimi gerçekleştirilmiştir (Tablo 4). Uygun sinterleme sıcaklığının belirlenmesinin yanı sıra, yoğun bir malzeme eldesi ile Zn parçacıkları arasında etkili bağların oluşması sağlanarak daha iyi mukavemet değerlerine ulaşılabilir [27].

Yer tutucu ilave yöntemiyle %20 ile 50 arasında gözeneklilik elde edilir. Ancak son ürün mukavemeti nispeten düşüktür [2]. Benzer yöntemle aynı işlem koşullarına ve aynı gözenekliliğe sahip olan çalışma bulunmadığından mevcut farklı yöntemlerden elde edilen verilere göre karşılaştırma yapılmıştır. Buna rağmen kullanılan yöntem ile ergitme yöntemiyle karşılaştırılabilecek düzeyde mukavemet değerleri elde edilebilmiştir (Tablo 4). Literatürde TiH_2 , MgH ve CaH_2 bileşiklerinin köpükleştirici olarak kullanıldığı ve alaşımın ergitildiği çalışmalara göre saf Zn (basma mukavemeti, 0,5MPa) ve ZA27 (basma mukavemeti, 7 MPa) alaşımı köpük malzemeler için başlangıçta daha yüksek mukavemet değerleri elde edilmiştir [9-18], bunun hücre duvarında oluşan bor oksit oluşumuna bağlı olduğu söylenebilir. Düşük ergime noktalı bileşen B_2O_3 'ün (ergime noktası 450 °C) varlığı sinterlemeyi artırabilmektedir [28]. Katı alüminyum tozunun ergimiş bor oksit tarafından daha iyi ıslatılması sağlanarak yoğunlaşma arttırılmış, aynı zamanda hücre duvarını kaplayarak mukavemeti arttırmıştır [19].

Tablo 4. Saf Zn köpük (ZK3) ve ZA27 alaşımı (ZAK) köpük malzemelerinin Yoğunluk, Gözenek, Elastik Modül, Akma Mukavemeti, Plato Gerilimi ve Enerji Emilim Kapasitesi değerlerindeki değişimler

Numune	Yoğunluk (g/cm ³)	Gözeneklilik (%)	Elastik Modül (GPa)	Akma Mukavemeti (MPa)	Ortalama Plato Gerimesi (MPa)	Enerji Emilimi (MJ/m ³)
Saf Zn	1,4	40	0,65	3,73	2,64	1,8
ZA27	1,2	46	1,15	7,0	5,54	3,4
Saf Zn[9]	0,6	92	-	0,5	-	-
Saf Zn[9]	1,2	83	-	7,0	-	-
ZA27/SiC[18]	0,25-0,45	83	-	7,02	6,97	4,7

Borik asidin kullanıldığı köpükleştirme yöntemi ile Zn köpük üretiminde %50 Borik asit kullanılarak ve 630 MPa presleme basıncında başarılı bir sinterlenme işlemi sonucunda literatürle karşılaştırılabilecek mukavemet değerleri Şekil 10'dan yararlanılarak ve (5) eşitliği kullanılarak enerji emilimi değerleri elde edilmiştir (Tablo 4). Elde edilen mekanik değerler, literatürde döküm yöntemi ile elastik modül için 0,6-1,35 GPa, basınç dayanımı için 6,0-14,8 MPa ulaşılabilmüş değerler arasında yer almıştır [29].

Ergitme yönteminde katılma sırasında gaz kabarcıklarının düzgün olmayan bir şekilde büyümesi nedeniyle, bu tür köpükler, genellikle yerçekiminin neden olduğu bir yoğunluk değişimi nedeniyle farklı şekil ve boyutlarda gözenekler içerir. Sonuç olarak, bu üretim tekniği genellikle düzensiz gözenekli yapılar ve dağılmış mekanik özellikleri ile ilişkilendirilir. Bu anlamda daha homojen yapısıyla dikkat çeken yer tutucu yönteminin kullanıldığı mevcut çalışma ile literatüre önemli bir katkı sağlanacaktır.

4. Sonuç

Metalik köpüklerin, basma yükleri altında göstermiş oldukları elastik deformasyon, plato gerilimleri ve enerji emilimi özellikleri diğer birçok özellikleri arasında en önemlileridir. Bu yüzden üretilen köpüklerin daha çok basma davranışları incelenmiştir. %40 ile %46 gözenekliliğe sahip Zn köpükler, boşluk oluşturucu olarak %50 borik asidin kullanıldığı toz metalurjisi yöntemiyle başarılı bir şekilde üretilmiştir. Yer tutucu yöntemi ile yüksek gözeneklilik oranları ve saf Zn için elde edilen 3,73 MPa ve ZA27 alaşımı için elde edilen 7 MPa akma mukavemeti değerleri ile nispeten iyi mukavemet değerleri elde edilmiştir. Saf Zn köpük malzemeler için yapılan presleme basıncı optimizasyonu sonucu, en yüksek presleme basıncı değerinde (630 MPa) mukavemetli yapı elde edilmiştir. Zn köpük malzemelerde elde edilen bu yüksek mukavemet değerlerinin, 630 MPa başlangıç presleme basıncında sıkı bir yapının elde edilmesiyle birlikte, köpük hücre yüzeyini kaplamış olan bor oksidin oluşumuna bağlı olduğu düşünülmektedir.

Üstün darbe sönümlenme özellikleri ve hafiflikleri göz önünde bulundurulduğunda, köpük metaller önemli avantajlar sağlamaktadır. Bu açıdan mevcut çalışmanın geliştirilmesi durumunda hem bor ürünleri değerlendirilecek hem de daha ekonomik olarak mukavemetli yapılar elde edilebilecektir.

Köpük malzemelerin üretim aşamasındaki maliyetin köpükleştirici olarak borik asit gibi hem mukavemeti hem de enerji emilimi özelliğini önemli oranda artıran bir malzemenin kullanımı ile azaltılabilecek ve özellikle profillerde dolgu malzemesi olarak kullanım alanı sağlanacaktır.

Teşekkür

Bu çalışma Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar ve Proje Yönetimi Birimi tarafından desteklenmiştir (2015736). Yazarlar Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar ve Proje Yönetimi Birimine teşekkür eder.

Yazar(lar)ın Katkıları

Bu araştırmada; Neşe ÖZTÜRK KÖRPE, bilimsel yayın araştırması, malzemelerin temini, deney sonuçlarının analiz edilmesi, makalenin genel kontrolünün yapılması; Seda KİREMİTÇİ, numunelerin üretilmesi, deneylerin yapılması konularında katkı sağlamışlardır.

Çıkar Çatışması

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir.

Kaynaklar

- [1]. Ashby M. F., Medalist R. M., “The mechanical properties of cellular solids”, *Metallurgical Transactions A*, 1983, 14 (9): 1755-1769.
- [2]. Banhart, J., “Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foams”, *Progress in Materials Science*, 2001, 46(6): 559-632.
- [3]. Olurin, O. B., Fleck, N. A., Ashby, M. F., “Deformation and fracture of aluminium foams”, *Materials Science and Engineering: A*, 2000, 291(1-2): 136-146.
- [4]. Davies, G. J., Zhen, S., “Metallic foams: their production, properties and applications”, *Journal of Materials Science*, 1983, 18(7):1899-1911.
- [5]. Simone, A. E., Gibson, L. J., “Aluminum foams produced by liquid-state processes”, *Acta Materialia*, 1998, 46(9): 3109-3123.
- [6]. Curran, D. C., “Aluminium foam production using calcium carbonate as a foaming agent” (Doktora Tezi), Cambridge Üniversitesi, Cambridge, Birleşik Krallık, (2004).
- [7]. Güven, Ş., “Toz metalürjisi ve metalik köpükler”, *Teknik Bilimler Dergisi*, 2011, 1(2) :22-28.
- [8]. Yavuz, İ., “Metalik Köpük Malzemeler ve Uygulama Alanları”, *Taşıt Teknolojileri Elektronik Dergisi (TATED)*, 2 (1): 2010, 49-58.
- [9]. Kovacik, J., Simancik, F., “Comparison of zinc and aluminium foam behaviour”, *Translations-Ve Rieicansky*, 2004, 42(2): 80.
- [10]. Sahu, S., Ansari, M. Z., “A study on manufacturing processes and compressive properties of zinc-aluminium metal foams”, *American Journal of Materials Science*, 2015, 5(3C), 38-42.
- [11]. Kitazono, K., Takiguchi, Y., “Strain rate sensitivity and energy absorption of Zn–22Al foams”, *Scripta Materialia*, 2006, 55(6): 501-504.
- [12]. Kitazono, K., Sekido, K., “Strain rate sensitivity and high temperature deformation mechanisms of cast Zn-22Al alloy foams”, *Procedia Materials Science*, 2014, 4:175-179.
- [13]. Degischer, H. P., Kriszt, B. (EDX.). (2002). *Handbook of cellular metals: production, processing, applications*. Wiley-vch. ISBN 3-527-29320-5.
- [14]. Astarai, A. H., Shahverdi, H. R., Elahi, S. H., “Compressive behavior of Zn–22Al closed-cell foams under uniaxial quasi-static loading”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2015, 25(1): 162-169.
- [15]. Kovacik, J., Jaroslav, J. E. R. Z., Simancik, F., Minarikova, N., “Coloring of Pure Zinc Foams”, *Metallic Foams*, 2017, 1(1): 54-59.
- [16]. Liu, J., Yu, S., Zhu, X., Wei, M., Luo, Y., Liu, Y., “The compressive properties of closed-cell Zn-22Al foams”, *Materials Letters*, 2008, 62(4-5): 683-685.
- [17]. Sahu, S., Goel, M. D., Mondal, D. P., Das, S., “High temperature compressive deformation behavior of ZA27–SiC foam”, *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 607: 162-172.

- [18]. Mondal, D. P., Goel, M. D., Bagde, N., Jha, N., Sahu, S., Barnwal, A. K., “Closed cell ZA27–SiC foam made through stir-casting technique”, *Materials and Design*, 2014, 57: 315-324.
- [19]. Korpe, N.O., Dürger, N. B., Dur,D. Celikyurek, I., “Effect of compacting pressure and sintering Temperature on the properties of highly porous pure aluminum produced with boric acid (H_3BO_3)”, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 2021, 59(11): 661-671.
- [20]. <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=5c017f3a462c44fa8a5eb71b2e304d96&ckck=1>
- [21]. Banhart, J., “Metal foams: production and stability”, *Advanced Engineering Materials*, 2006, 8(9): 781-794.
- [22]. Banhart, J., Ashby, M., Fleck, N., “Metal foams and porous metal structures”. In *Conference on Metal Foams and Porous Metal Structures*, 1999, 14:16. ISBN 3-9805748-7-3.
- [23]. Smith R. ed., “Boric Oxide, Boric Acid and Borates”, *Kirk- Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 1990,1(4).
- [24]. Hamada, T., Kanahashi, H., Miyoshi, T., & Kanetake, N., Effects of the strain rate and alloying on the compression characteristics of closed cell aluminum foams, *Materials Transactions*, 2009, 50(6):1418-1425.
- [25]. Mukai, T., Kanahashi, H., Higashi, K., Miyoshi, T., Mabuchi, M., Nieh, T. G., “Experimental study of energy absorption in a close-celled aluminum foam under dynamic loading”, *Scripta Materialia*, 1999, 40(8): 921-927.
- [26]. Zhao, Y., Han, F., Fung, T., Optimization of compaction and liquid-state sintering in sintering and dissolution process for manufacturing Al foams, *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 364(1-2):117-125.
- [27]. Sánchez-Martínez, A., Cruz, A., González-Nava, M., Suárez, M. A., “Main process parameters for manufacturing open-cell Zn-22Al-2Cu foams by the centrifugal infiltration route and mechanical properties”, *Materials and Design*, 2016, 108(3): 494-500.
- [28]. Maizo, I.D. G., Luz, A.P., Pagliosa C., Pandolfelli V.C., “Boron sources as sintering additives for alumina-based refractory castables”, *Ceramics International*, 2017, 43: 10207–10216.
- [29]. Li, Z.,Zhang,X.,Huang, P.,Hu, L.,Zu, G., “Preparation and properties of open-cell zinc foams as human bone substitute material”, *China Foundry*, 2019, 16: 414-422.