

Toz Metalurjik Cu-Ti Malzemelerin Sinterlenmesi ve Karakterizasyonu

Erdem Karakulak

¹Kocaeli Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü
(0262) 303 30 75
erdemkarakulak@kocaeli.edu.tr

Geliş / Recieved: 19 Nisan (April) 2016
Kabul / Accepted: 27 Aralık (December) 2016
DOI: 10.18466/cbayarfbe.302651

Özet

Farklı oranlarda titanyum içeren toz metalurjik malzemeler sıcak presleme yöntemiyle sinterlenerek üretilmiştir. Üretilen malzemelerin yoğunlukları, mikroyapısal özellikleri, sertlikleri ve aşınma dayanımları incelenmiştir. Ayrıca aşınma mekanizmasının belirlenebilmesi için aşınma testi sonrası malzemelerin aşınmış yüzeyleri tarama elektron mikroskobu kullanılarak incelenmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda titanyum partikülleri etrafında farklı katmanlardan oluşan intermetalik fazlar oluştuğu belirlenmiştir. Oluşan intermetaliklerin malzemenin sertliğini ve aşınma dayanımını arttırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca aşınmış yüzeylerde yapılan incelemeler malzemenin sertliğinin değişmesiyle birlikte aşınma mekanizmasında değiştiğini ortaya koymuştur.

Anahtar Kelimeler— Aşınma, Cu-Ti, Mikroyapı, Sertlik, Sinterleme, Toz Metalurjisi

Sintering and Characterization of Powder Metallurgic Cu-Ti Alloys

Abstract

Copper samples with different titanium contents were produced using hot pressing technique. Densities, microstructures, hardness and wear resistances of the produced specimens were investigated. Also to understand the operating wear mechanisms during wear tests worn surfaces of the specimens were investigated under scanning electron microscope. Microstructural investigations showed that different intermetallic layers were formed around titanium particles. Formation of these intermetallic phases increased hardness and wear resistance of the material. Worn surface investigations showed that change of hardness also changes the wear mechanisms that cause wear damage during wear tests.

Keywords— Hardness, Microstructure, Cu-Ti, Sintering, Powder Metallurgy, Wear

1 Giriş

Bakır esaslı alaşımlar yüksek ısı ve elektrik iletkenlik, kolay şekillendirme ve kolay dökülebilirlik gibi özellikleri nedeniyle bir çok uygulamada kullanılmaktadır [1,2]. Ancak saf halde bakırın sertlik, mukavemet ve aşınma dayanımı gibi özellikleri yetersizdir [3,4]. Bu

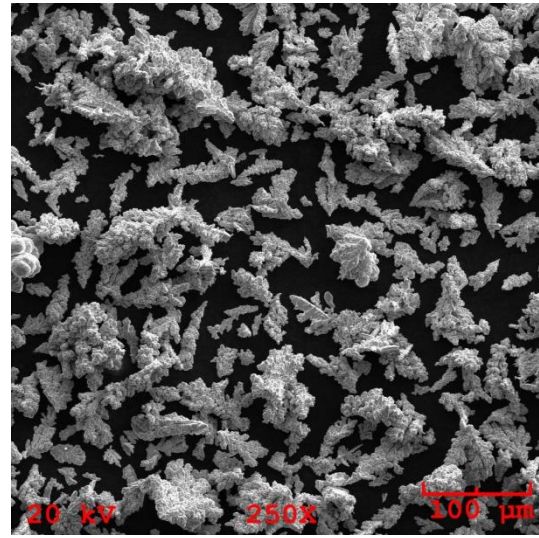
nedenle elektrik iletkenliğinin kritik olduğu uygulamalar dışında birçok durumda bakır alaşımı olarak kullanılır. Geleneksel uygulamalarda yıllardır belirli bakır alaşımları kullanılmaktadır [5]. Ancak gelişen teknoloji ile birlikte daha yüksek performansa sahip malzemelere olan ihtiyaç artmaktadır.

Malzemelere olan gereksinimin yanında kullanılan üretim yöntemleri de değişiklik gösterebilmektedir. Toz metalurjisi çok uzun süredir kullanılan bir yöntem olmasına rağmen farklı teknolojilerin geliştirilmesi ile geçmişte döküm ile üretilen küçük boyutlu parçalar günümüzde toz metalurjisi ile üretilebilmektedir. Bakır esaslı malzemelerden toz metalurjisi yöntemiyle, elektrik kontaktörleri, konektörler, soğutma elemanları gibi birçok parça üretilmektedir [6, 7-9]. Bu tarz hareketli olarak çalışan malzemelerde en büyük problem aşınma sonucu oluşan hasarlardır. Bu çalışmada farklı oranlarda titanyum içeren bakır esaslı toz metalurjik malzemeler üretilip karakterize edilmiştir. Geçmişte Cu-Ti ikili alaşımları ile ilgili olarak yapılmış farklı çalışmalar mevcuttur ancak bu çalışmaların büyük çoğunluğu döküm ile üretilmiş malzemeler üzerinedir [10-15]. Bunun yanında toz metalurjik yöntemlerle üretilen Cu-Ti malzemelerle ilgili literatürde bulunan çalışmalarda ise genelde elektrik iletkenliği üzerinde durulmuştur [16, 17]. Yapılan bu çalışma ile Cu-Ti toz metalurjik malzemelerin aşınma özelliklerinin belirlenmesi ve bu malzemelerin yüksek aşınma dayanımına ihtiyaç duyulan uygulamalarda kullanımının önünün açılması hedeflenmiştir.

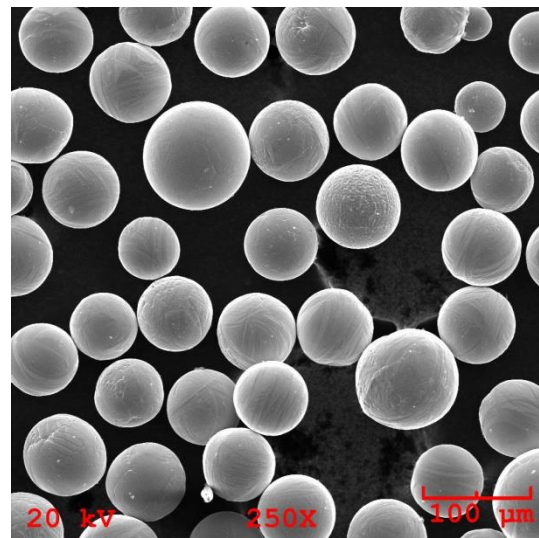
2 Materyal ve Metot

Çalışmada sinterlenecek malzemelerin üretiminde saf bakır ve saf titanyum tozları kullanılmıştır. Başlangıç tozlarının tarama elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü Şekil 1'de verilmiştir. Farklı oranlarda yapılan titanyum ilavesinin bakır matris içerisinde homojen olarak karışması için karışımlar bilyalı değirmende 4 saat boyunca karıştırılmıştır. Elde edilen karışımlar vakumlu sıcak preste grafit kalıplar kullanılarak 900 °C sıcaklıkta ve 45 MPa basınç altında 15 dakika boyunca sinterlenmiştir. Elde edilen numunelerin yoğunlukları Arşimed prensibi ile ölçülüp teorik yoğunlukları ile oranlanmıştır. Numuneler standart metalografik yöntemlerle hazırlandıktan sonra dağlama işlemi Keller reaktifi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Malzemelerin mikroyapıları Olympus BX41 ışık mikroskobu ve Jeol 6060 tarama elektron mikroskobu kullanılarak incelenmiştir. Farklı oranlarda yapılan titanyum ilavesinin malzemenin sertliğine etkisini belirlemek için ASTM E384-11 standardına göre sertlik testleri gerçekleştirilmiştir. Sertlik testlerinde Future-Tech Vickers sertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Ölçüm sırasında yük 3 kg ve yükün uygulanma süresi 10 saniye olarak sabit tutulmuştur. Verilen her sertlik değeri yapılan

10 ölçümün ortalamasıdır. Aşınma testleri Nanovea MT/60/NI marka ball-on-disc tipi aşınma cihazında ASTM G99-05 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Aşınma testleri oda sıcaklığında 20 N yük, 300 m sürtme mesafesi ve 0,1 m/s sürtme hızı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Karşıt yüzet olarak 5 mm çapında AISI 52100 tipi sertleştirilmiş çelik bilya kullanılmıştır. Parlatılmış numuneler aşınma testi öncesi ve sonrasında tartılarak ağırlık kaybı değerleri belirlenmiştir. Numunelerin içerisindeki titanyum miktarı arttıkça yoğunlukları değişeceğinden aşınma dayanımının karşılaştırılabilmesi amacıyla elde edilen ağırlık kayıpları değerleri kullanılarak aşınma oranları hesaplanmıştır.



(a)



(b)

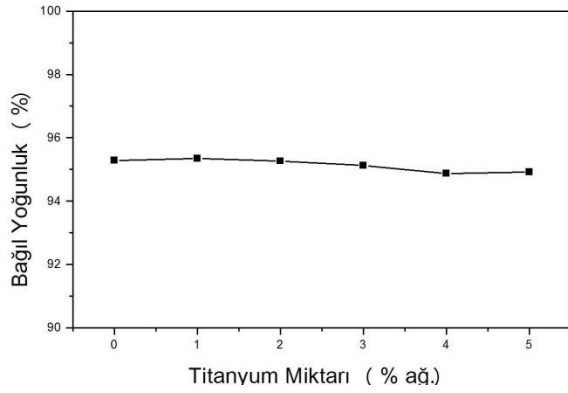
Şekil 1. Numunelerin üretiminde kullanılan tozlar (a) Cu

ve (b) Ti

3 Bulgular

3.1 Yoğunluk Ölçümleri

Sinterleme prosesinin yeterli ölçüde gerçekleşip gerçekleşmediğinin belirlenmesi için malzemelerin yoğunlukları Arşimed prensibi kullanılarak ölçülmüştür. Ölçülen yoğunluk değerlerinin hesaplanan yoğunluk değerlerine oranlanması sonucu elde edilen bağıl yoğunluk değerlerinin titanyum oranına bağlı değişimi Şekil 2'de verilmiştir. Şekilde de görüldüğü üzere sinterlenen tüm numunelerde teorik yoğunluğun % 95'ine ulaşılmıştır. Toz metalurjik malzemelerde bulunan gözenek miktarı malzemelerin mekanik özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Bu çalışmada tüm numunelerde birbirine çok yakın bağıl yoğunluk değerleri elde edilip farklı gözenek oranlarının üretilen malzemelerin mekanik özelliklerini farklı şekillerde etkilemesinin önüne geçilmiştir. Ölçülen yoğunluk değerleri malzemelerin aşınma oranlarının hesaplanmasında da kullanılmıştır.



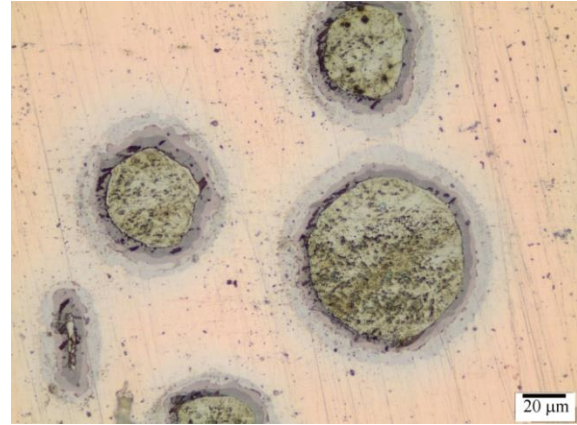
Şekil 2. Farklı titanyum oranına sahip malzemelerin sinterleme sonrası bağıl yoğunluk değerleri

3.2 Mikroyapısal İncelemeler

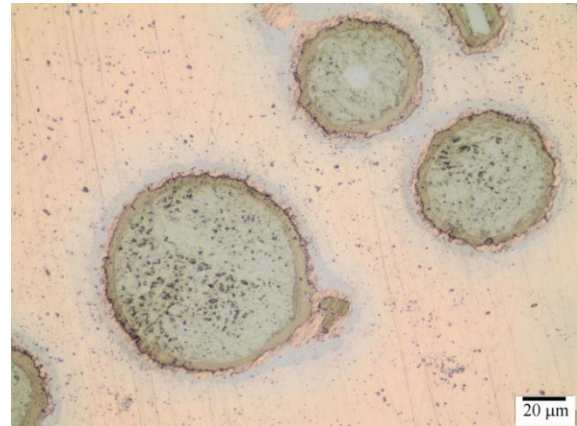
Şekil 3'te farklı oranlarda titanyum içeren bakır alaşımlarının dağlanmış haldeki optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Mikroyapılardan da görüldüğü üzere titanyum partiküllerinin etrafında farklı kontrastlara sahip intermetalik fazlar oluşmuştur. Titanyum partikülünden matrise doğru gidildikçe farklı intermetalik katmanların oluştuğu görüntülerde rahatlıkla görülmektedir. Bu fazlar sinterleme sırasında bakır ve titanyum atomlarının difüzyonu sonucu oluşmaktadır.



(a)



(b)

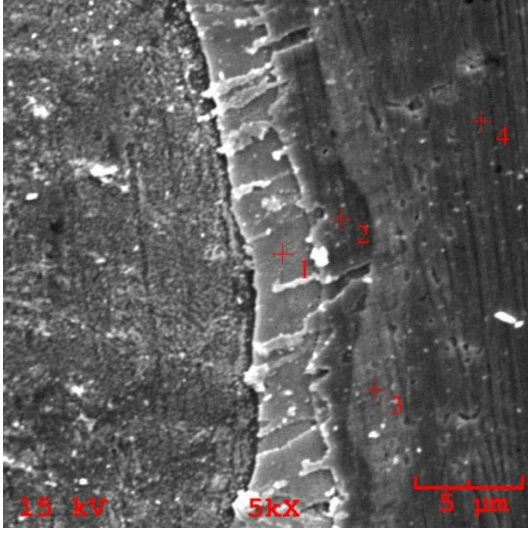


(c)

Şekil 3. Farklı titanyum oranlarına sahip numunelerin ışık mikroskobu görüntüleri (a) % 1 Ti, (b) % 3 Ti ve (c) % 5 Ti

Oluşan bu intermetaliklerin kimyasal kompozisyonlarının belirlenebilmesi için numuneler tarama elektron mikroskobunda

incelenip Enerji Dağılım X-Işını (EDX) analizleri yapılmıştır. Şekil 4'te EDX analizlerinin alındığı bölgeleri gösteren örnek bir SEM görüntüsü verilmiştir. Yapılan incelemeler sonucunda titanyum partikülleri etrafında dört farklı intermetalik katmanının oluştuğu ve bu katmanlardaki titanyum oranının partikülden bakır matrise doğru gidildikçe azaldığı belirlenmiştir. Tablo 1'de Şekil 4'te numaralandırılmış fazlar üzerinden yapılan EDX analizlerinin sonuçları verilmiştir. Verilen her sonuç gerçekleştirilen beş analiz ortalamasıdır.



Şekil 4. Titanyum partikülü ile bakır matris arasında oluşan intermetalik katmanları

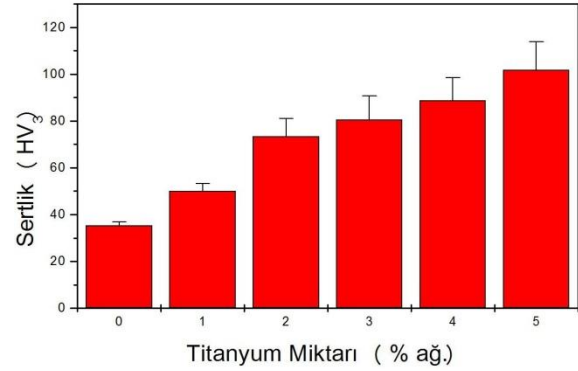
Tablo 1. Şekil 4'te numaralandırılmış fazların EDX analizlerinin sonuçları

Şekil 4'te ki faz numarası	Kimyasal Komp. (% ağı.)		Kimyasal Komp. (% at.)	
	Ti	Cu	Ti	Cu
1	28,24	71,76	34,27	65,73
2	15,33	84,67	19,36	80,64
3	5,91	94,09	7,69	92,31
4	3,12	96,88	3,94	96,06

3.3 Sertlik Ölçümleri

Saf bakır içerisine yapılan titanyum ilavesinin malzemenin sertliğine etkisinin belirlenmesi amacıyla Vickers sertlik testleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan testler sonucu elde edilen sonuçlar Şekil 5'te ki grafikte verilmiştir. Malzeme içerisindeki titanyum miktarının artmasıyla birlikte sertlik neredeyse doğrusal şekilde artmaktadır. Bu durumun sebebi titanyum oranının artmasıyla

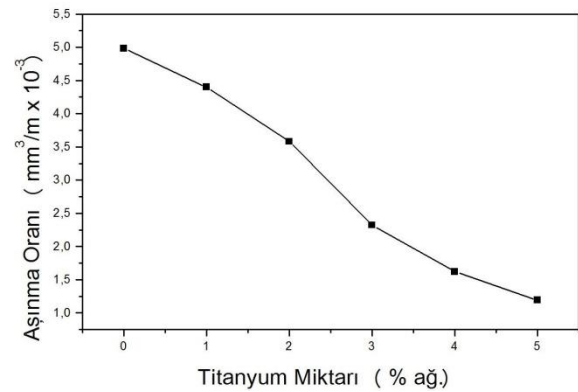
malzeme içerisindeki matrise göre yüksek sertliğe sahip intermetalik fazların hacim oranının artmasıdır.



Şekil 5. Titanyum oranına bağlı olarak malzemenin sertliğinin değişimi

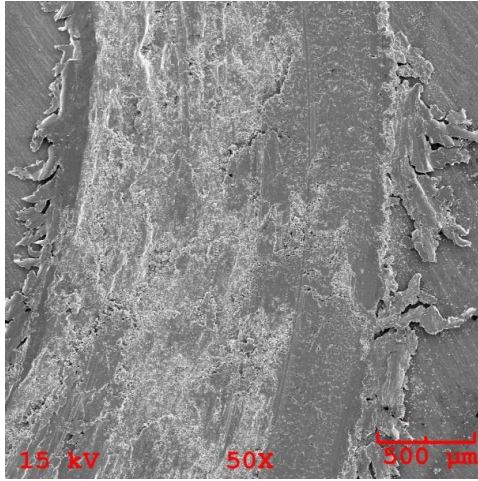
3.4 Aşınma Testleri

Yapılan aşınma testleri öncesi ve sonrasında malzemeler hassas terazi kullanılarak tartılmıştır böylece aşınma sırasında oluşan ağırlık kaybı değerlerine ulaşılmıştır. Ancak malzeme içerisindeki titanyum miktarı arttıkça malzemenin yoğunluğu azalacağından ağırlık kaybı aşınma dayanımının belirlenmesinde kriter olarak kullanılamamaktadır. Bu nedenle $W = M/\rho D$ eşitliği kullanılarak ağırlık kaybı değerleri aşınma oranına dönüştürülmüştür. Bu formülde W aşınma oranını (mm^3m^{-1}), M ağırlık kaybını (g), ρ yoğunluk (gcm^{-3}) ve D (m) sürtme mesafesini göstermektedir [18]. Titanyum ilavesinin malzemenin aşınma dayanımına etkisi Şekil 6'da gösterilmiştir. Aşınma testlerinden elde edilen sonuçlar sertlik testleri ile uyumludur. Malzemenin sertliğinin artması sonucu aşınma dayanımı da artmıştır.

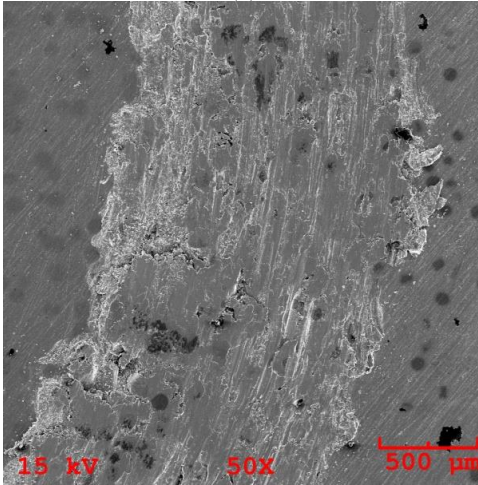


Şekil 6. Aşınma oranının titanyum oranına bağlı değişimi

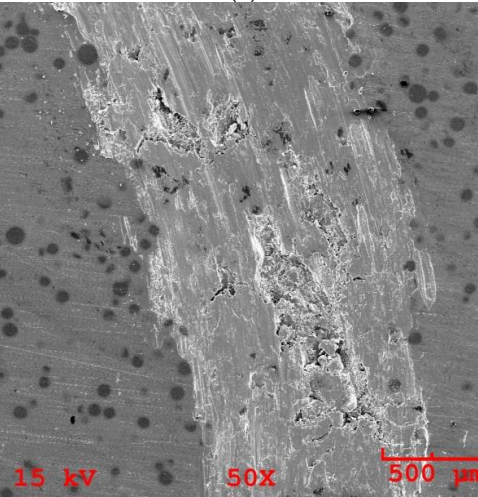
Ti



(a)



(b)



(c)

Şekil 7. Farklı oranlarda titanyum içeren malzemelerin aşınmış yüzey görüntüleri (a) % 0 Ti, (b) % 3 Ti ve (c) % 5

Numunelerde aşınma testleri sırasında oluşan aşınmanın mekanizmasını anlamak için aşınmış yüzeyler SEM kullanılarak incelenmiştir. Farklı oranlarda titanyum içeren numunelerin aşınma yüzeylerinin görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. Şekilde görüldüğü üzere saf bakırın düşük sertliği nedeniyle aşınma sırasında aşınma izinden izin dışına doğru büyük oranda malzeme transferi gerçekleşmiştir. Bu transfer plastik deformasyon sonucu gerçekleşmiştir. Bakır miktarının artmasıyla birlikte aşınma sırasında oluşan deformasyon miktarı azalmaktadır. % 5 titanyum içeren numunenin görüntüsünde ise deformasyon görünmezken abrasif aşınma ve bazı bölgelerde çatlak oluşumu ve kırılmalar olduğu belirlenmiştir. Yüksek titanyum içeren numunede intermetalik fazın yüksek hacim oranı bu fazlar üzerinde aşınma testleri sırasında önce çatlak oluşumu daha sonra ise kırılarak kopmalar yaşanmasına neden olmaktadır.

4 Tartışma ve Sonuç

Yapılan bu çalışma sonucunda farklı oranlarda titanyum içeren toz metalurjik Cu-Ti alaşımlarının mikroyapı, sertlik ve aşınma özellikleri belirlenmiştir. Saf metalik tozlardan üretilen toz metalurjik Cu-Ti alaşımlarının özelliklerinin incelenmesi ile ilgili literatürde herhangi bir çalışma yoktur. Bu açıdan bu çalışmada elde edilen sonuçlar farklı çalışmaların önünü açabilecek niteliktedir.

Yapılan deneyler ve incelemeler saf metalik tozların karıştırılması ve sinterlenmesi ile farklı titanyum oranlarına sahip Cu-Ti malzemelerin başarılı şekilde üretilebileceğini göstermiştir. Bunun yanında saf bakır içerisine katılan titanyum partiküllerinin etrafında farklı intermetalik katmanlar oluştuğu belirlenmiştir. Bakır matrise göre sert olan bu intermetalikler malzemenin sertlik ve aşınma dayanımını artırmıştır. Yapılan SEM incelemeleri sonucunda farklı oranlarda titanyum içeren alaşımların aşınma davranışlarının farklı olduğu belirlenmiştir. Bu durum malzeme içerisinde bulunan intermetalik fazların hacim oranıyla ilişkilendirilmiştir.

5 Referanslar

- [1] Ranjbar Motlagh, S.; Maghsoudi, M.H.; Serajzadeh, S. Softening behaviour of alumina reinforced copper processed by equal channel angular pressing. *Mater Sci Tech Ser.* 2014; 30, 220-226.
- [2] Song, K.; Guo, X.; Liang, S.; Zhao, P.; Zhang, Y. Relationship between interfacial stress and thermal expansion coefficient of copper-matrix composites with different reinforced phases. *Mater Sci Tech Ser.* 2014; 30, 171-175 .
- [3] Han, S.Z.; Goto, M.; Ahn, J.H.; Lim, S.H.; Kim S.; Lee, J. Grain growth in ultrafine grain sized copper during cyclic deformation. *J Alloy Compd.* 2014; 615, S587-589.
- [4] Chandrasekhar S.B., Wasekar N.P., Ramakrishna M., Babu P.S., Rao T.N., Kashyap B.P.; Dynamic strain ageing in fine grained Cu-1wt%Al₂O₃ composite processed by two step ball milling and spark plasma sintering. *J Alloy Compd.* 2016; 656, 423-430.
- [5] Semboshi, S.; Orimo, S.; Suda, H.; Gao, W.; Sugawara, A.; Aging of copper-titanium dilute alloys in hydrogen atmosphere: Influence of prior-deformation on strength and electrical conductivity. *Mater Trans.* 2011; 21, 1-6.
- [6] Semboshi, S.; Sato, S.; Ishikuro, M.; Wagatsuma, K.; Iwase, A.; Takasugi, T. Investigation of precipitation behaviour in age-hardenable Cu-Ti alloys by an extraction-based approach. *Metall Mater Trans A.* 2014; 45, 3401-3411.
- [7] Naboychenko, S.S.; Murashova, I.B. Production of copper and copper alloy powders. In *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders Technologies and Applications*; O.D. Neikov, S. S. Naboychenko, G. Dowson, Eds; Elsevier: Oxford, 2009; 331-368.
- [8] Hao, H.; Mo, W.; Lv, Y.; Ye, S.; Gu, R.; Wu, P. The effect of trace amount of Ti and W on the powder metallurgy process of Cu. *J Alloy Compd.* 2016; 660, 204-207.
- [9] Dash, K.; Ray, B.C.; Chaira, D. Synthesis and characterization of copper-alumina metal matrix composite by conventional and spark plasma sintering, *J Alloy Compd.* 2012; 516, 78-84.
- [10] Nagarjuna, S.; Sarma, D.S. Effect of cobalt addition on the age hardening of Cu-4.5Ti alloy. *J Mater Sci.* 2002; 37, 1929-1940.
- [11] Soffa, W.A.; Laughlin, D.E. High-strength age hardening copper-titanium alloys: redivivus. *Prog Mater Sci.* 2004; 49, 347-366.
- [12] Nagarjuna, S.; Srinivas, M. High temperature tensile behaviour of a Cu-1.5 wt.% Ti alloy. *Mat Sci Eng A-Struct.* 2002; 335, 89-93.
- [13] Nagarjuna, S.; Balasubramanian, K.; Sarma, D.S. Effect of Ti additions on the electrical resistivity of copper. *Mat Sci Eng A-Struct.* 1997; 225, 118-124.
- [14] Sobhani, M.; Mirhabibi, A.; Arabi, H.; Brydson, R.M.D. Effects of in situ formation of TiB₂ particles on age hardening behavior of Cu-1 wt% Ti-1wt%TiB₂. *Mat Sci Eng A-Struct.* 2013; 577, 16-22.
- [15] Nagarjuna, S.; Balasubramanian, K. Effect of prior cold work on mechanical properties, electrical conductivity and microstructure of aged Cu-Ti alloys. *J Mater Sci.* 1999; 34, 2929-2942.
- [16] Wang, F.; Li, Y.; Wakoh, K.; Koizumi, Y.; Chiba, A. Cu-Ti-C alloy with high strength and high electrical conductivity prepared by two-step ball-milling process. *Mater Design.* 2014; 61, 70-74.
- [17] Ruzic, J.; Stasic, J.; Rajkovic, V.; Bozic, D. Strengthening effect in precipitation and dispersion hardened powder metallurgy copper alloys. *Mater Design.* 2013; 49, 746-754.
- [18] Yamanoglu, R.; Karakulak, E.; Zeren, M.; Koç, F.G. Effect of nickel on microstructure and wear behaviour of pure aluminium against steel and alumina counterfaces. *Int J Cast Metal Res.* 2013; 26, 289-295.