

## GAZ ATOMİZASYON YÖNTEMİ İLE AM60 MAGNEZYUM ALAŞIM TOZU ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

**Mehmet AKKAŞ\*, Tayfun ÇETİN, Mustafa BOZ**

Geliş Tarihi/ Received: 29.11.2018, Kabul tarihi/Accepted: 27.12.2018

### Özet

Bu çalışmada, gaz atomizasyonu yöntemi ile AM60 magnezyum alaşım tozunun üretimi deneysel olarak araştırılmıştır. Deneysel çalışmalar 770 °C sabit sıcaklık, 35 bar atomizasyon gazı basıncı ve 4 farklı nozul çapında (2, 3, 4, 5 mm) yapılmıştır. Ergiyiği atomize etmek için argon gazı kullanılmıştır. Üretilen AM60 tozlarının şeklini belirleyebilmek için taramalı elektron mikroskobu (SEM), üretilen tozların iç-yapılarında oluşan fazları ve bu fazların % oranlarını belirleyebilmek için XRD ve XRF analizleri, toz boyut analizi için ise lazer ölçüm cihazı kullanılmıştır. Üretilen AM60 magnezyum alaşım tozlarının genel görünümünün karmaşık, ligament, çubuksu, damlamsı, flake (pul) ve küresel şeklinde olduğu, fakat nozul çapının küçülmesine bağlı olarak tozların şeklinin çoğunlukla damlamsı ve küresel doğru değiştiği görülmüştür. Elde edilen en ince tozun 770 °C sıcaklıkta, 2 mm nozul çapında 35 bar gaz basıncında oluştuğu ve tozların genelinin karmaşık şekilli olduğu tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Gaz atomizasyonu, AM60 alaşım tozu, nozul çapı, toz karakterizasyonu.

## AM60 MAGNESIUM ALLOY POWDER PRODUCTION AND CHARACTERIZATION BY GAS ATOMIZATION METHOD

### Abstract

In this study, the production of AM60 magnesium alloy powder by gas atomization method was experimentally investigated. Experiments were carried out at a constant temperature of 770 °C, 35 bar atomizing gas pressure and 4 different nozzle diameters (2, 3, 4, 5 mm). Argon gas was used to atomize the melt. Scanning electron microscopy (SEM) was used to determine the shape of the AM60 powders produced, XRD and XRF analyzes were used to determine the internal phases of the produced powders and percentage of these phases, and laser measurement devices were used for powder size analysis. The overall appearance of the AM60 magnesium alloy powders produced is complex, ligament, rod, droplet, flake and spherical but the shape of the powder is mostly dripping and spherical depending on the reduction of the nozzle diameter. The finest powder obtained was found to have a gas pressure of 35 bar at a temperature of 770 °C, a diameter of 2 mm, and the overall shape of the powder was found to be complex.

**Key Words:** Gas atomization, AM60 alloy powder, nozzle diameter, powder characterization.

\* Kastamonu Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kastamonu  
E-posta: mehmetakkas@kastamonu.edu.tr

## 1. GİRİŞ

Toz metalürjisi üretim yöntemi; metal ve metal olmayan tozlarının üretimi ve üretilen bu tozların harmanlanıp karıştırıldıktan sonra istenen geometriyi alacak şekilde bir kalıbın içinde preslenip daha sonrada sinterleme işlemi uygulanarak yapılan bir imalat yöntemidir [1]. Metal tozlarının üretimi birçok teknikle gerçekleştirilir. Burada amaç toz üretimini belirli şekil ve boyut dağılım aralığında, herhangi bir kirlenme içermeksizin üretmektir. Bu aşamada toz karakterizasyonu bir sonraki üretim kademeleri açısından önemlilik arz eder. Kontrollü bir başlangıcın, istenen kalitede parça üretimini sağlaması kaçınılmazdır [2].

Metal tozlarının üretiminde dört temel mekanizma vardır[3]. Bunlar; mekanik yöntemler, kimyasal yöntemler, elektroliz yöntemi ve atomizasyon yöntemleridir. Bir toz üretim yönteminin diğerlerine göre seçilebilmesi yöntemin ekonomikliğine, anlaşılmasına, elde edilen tozların özelliklerine ve bu özelliklerin kullanım yeri ihtiyaçlarını ne ölçüde karşılayabildiğine bağlıdır. Tozun geometrik şekli üretim yöntemine bağlı olarak küreselden, dentritik formlara kadar çok farklı şekillerde olabilmektedir. Aynı şekilde tozun yüzey durumu da yani düzgün veya gözenekli olması yine üretim yöntemine göre değişiklik göstermektedir [4]. Bu üretim teknikleri içerisinde ince ve küresel tozlar elde etmek için en yaygın olarak gaz atomizasyon yöntemi kullanılır. Üretilen metal ve metal dışı tozların %60'ından fazlasının gaz atomizasyonu ile üretilmesi bu yöntemi diğerlerine göre üstün kılmaktadır. Gaz atomizasyonunda sıvı metal demetini parçalamak için hava, azot, argon ve helyum gibi gazlar kullanılabilir [5,6].

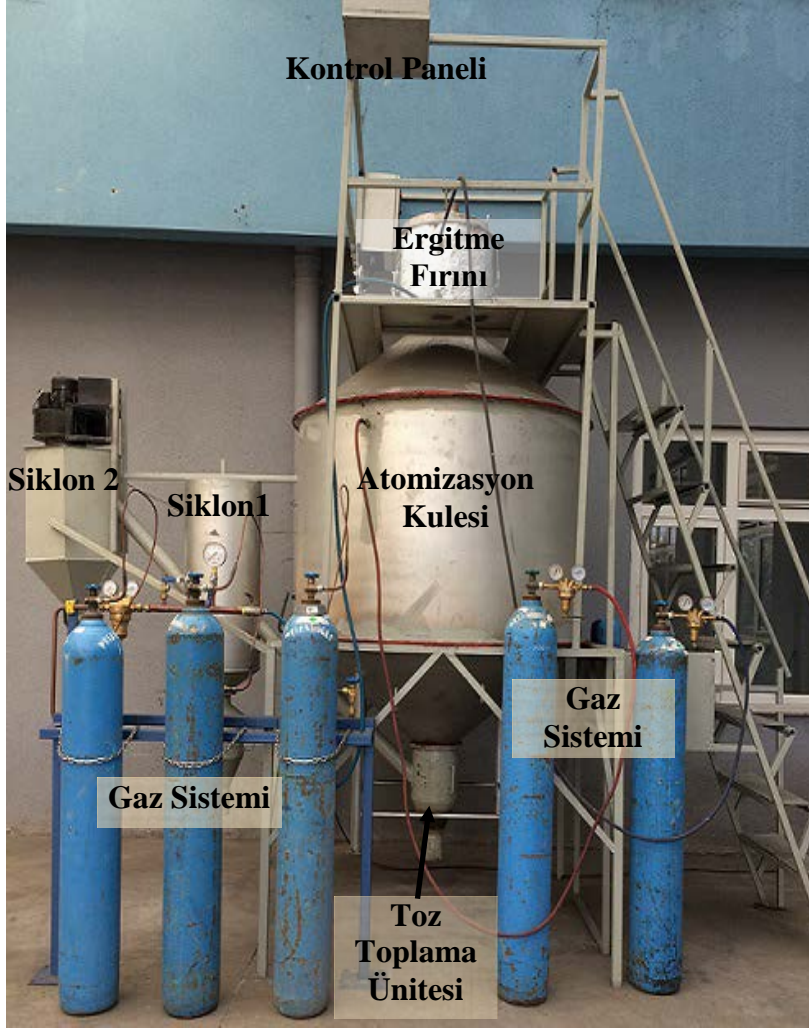
Magnezyum alaşımları 1,74 gr/cm<sup>3</sup> yoğunluk değeri ile hafiflik ve yüksek özgül mukavemet özelliklerinden dolayı savunma sanayi ve taşımacılık sektöründe iyi bir öneme sahiptir [7]. Alaşımsız olarak düşük mukavemet ve tokluk değerlerine sahip olduğundan dolayı genelde diğer elementlerle alaşım oluşturularak kullanılmaktadır. Magnezyum ayrıca yüksek ısı iletkenlik, iyi elektromanyetik koruma, yüksek boyutsal kararlılık, yüksek sönümlenme, kolay geri dönüşüm, iyi işlenebilirlik ve özelliklerine de sahiptir [8,9]. Bu özellikleri ile Magnezyum alaşımları otomotiv, havacılık, bilgisayar, spor malzemeleri, mobil telefonlar gibi pek çok endüstride kullanılmaktadır. Düşük ağırlık ve metabolizmaya uyumlu olmasından dolayı implant malzemesi olarak da kullanılmaktadır [10].

Genel olarak Magnezyum kullanılan deneyler sonucunda üretilen numunelerde Mg17Al12 intermetalik fazı meydana gelmektedir. Oluşan bu faz düşük sıcaklık formudur. Bu fazların tespiti için genellikle gerçekleştirilen analizler (XRD, XRF) sonucu tespit edilmektedir [11].

Bu çalışmada, sahip olduğu düşük yoğunluk, iyi işlenebilirlik ve yüksek spesifik dayanım özellikleriyle otomotiv başta olmak üzere, elektronik, hava ve uzay endüstrisi için üstün malzemeler olarak görülen magnezyum alaşımlarından AM60 alaşımı, gaz atomizasyon yöntemiyle toz haline getirilmiştir.

## 2. YÖNTEM

Deneyler, Karabük Üniversitesi Teknoloji Fakültesi İmalat Mühendisliği Bölümü Laboratuvarında bulunan Gaz Atomizasyon Ünitesi'nde yapılmıştır. Şekil 1' de gaz atomizasyon sistemi şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 1. Gaz Atomizasyon Ünitesi

Deneyler 770 °C sabit sıcaklık, 35 bar atomizasyon gazı basıncı ve 4 farklı nozul çapında (2, 3, 4, 5 mm) yapılmıştır. Atomizasyon gazı olarak argon kullanılmıştır. Toz boyut analizleri, Bartın Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında bulunan Mastersizer 3000 model cihaz ile yapılmıştır. Üretilen AM60 alaşım tozlarının SEM görüntüleri Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü Araştırma Laboratuvarlarında bulunan “Carl Zeiss Ultra Plus Gemini Fesem” marka cihazdan alınmıştır. Tozların XRD ölçümleri RİGAKU - Ultima IV modeli cihaz ile yapılmıştır. XRF ölçümleri ise RİGAKU ZSX Primus II modeli cihaz yardımıyla alınmıştır. Ölçümler, Karabük Üniversitesi Demir Çelik Enstitüsü Araştırma Laboratuvarlarında yapılmıştır. X-ışını difraksiyonu (XRD), kristalin atomik ve moleküler yapısını incelemek için kullanılan bir yöntemdir. X-ışınları Floresans (XRF) spektroskopisi elementel kompozisyonu belirleme imkânı sağlar. X-ışını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristal fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristal faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-ışını Kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi analizlerinin yapılmasını sağlar. X-ışını floresans spektrometresi, genel olarak foton-madde etkileşmesi sonucu meydana gelen karakteristik X-ışınları ve saçılma fotonlarının nicel ve nitel değerlendirilmesinde kullanılır. XRF sistemi; analiz edilen örnekten elde edilen X-ışınlarının enerjisini hesaplayarak

elementleri tayin ederken gelen ışınları da sayarak element miktarlarının belirlenmesini sağlar. Hızlı ve duyarlı olması, az örnek gerektirmesi, kullanım kolaylığı ve malzemeye zarar vermeme özellikleri göz önüne alındığında teknolojik ve bilimsel araştırmalarda önemlidir. Bu sistem katı, sıvı ve preslenmiş toz gibi farklı formlardaki numunelerde ağır metal konsantrasyonlarını yüzdelik (%) ve milyonda birlik (ppm) cinsinden yarı kantitatif olarak analiz edilmesine olanak sağlar. Uygun standart malzemeler kullanılarak tam niceliksel analiz ppm mertebesinde yüzdelik seviyesine kadar gerçekleştirilebilir.

### 3. DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

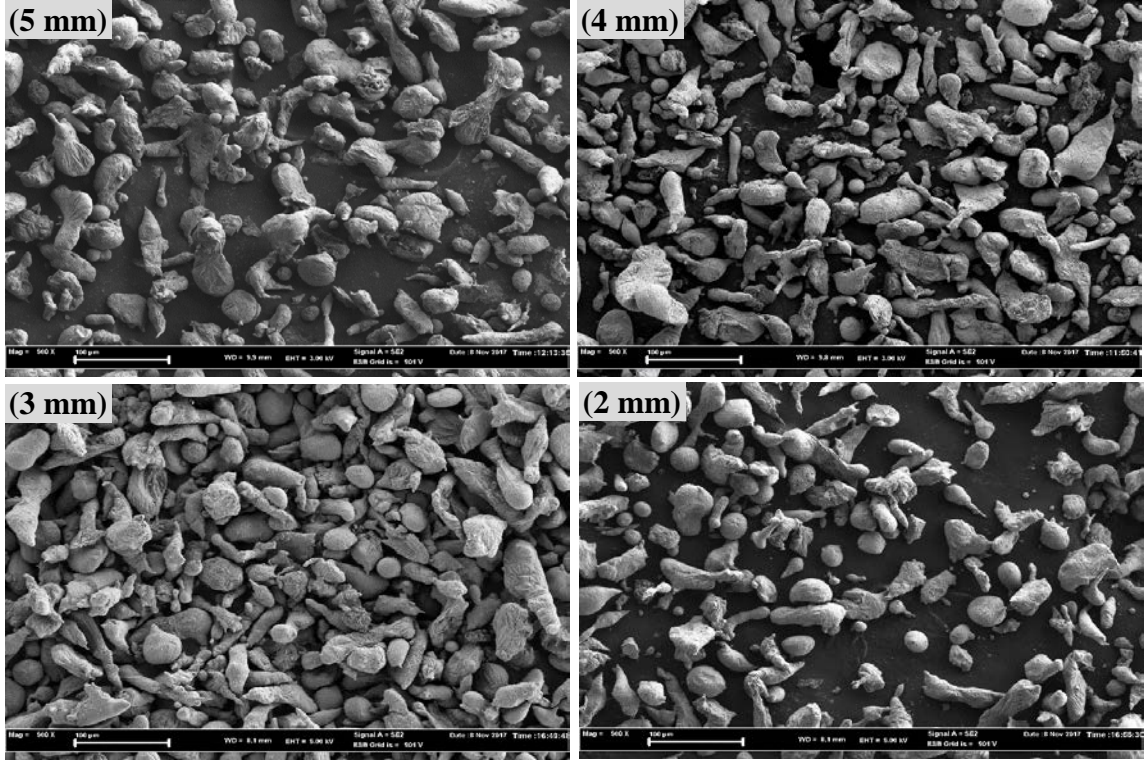
Gaz atomizasyon yöntemi ile üretilen magnezyum alaşımı AM60 tozunun deneysel çalışmalarında, sıcaklık ve atomizasyon gaz basıncı sabit kalırken nozul çapının değiştirildiği numunelere ait toz boyutları Tablo 1’ de verilmiştir.

**Tablo 1.** Üretilen magnezyum alaşımı AM60 tozlarının boyut değerleri

| Sıvı Metal Sıcaklığı (°C) | Gaz Basıncı (bar) | Nozul Çapı (mm) | Dv (10) (µm) | Dv (50) (µm) | Dv (90) (µm) | Spesifik Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /kg) |
|---------------------------|-------------------|-----------------|--------------|--------------|--------------|---|
| 770                       | 35                | 2               | 23,5         | 72,1         | 190          | 124,7                                     |
|                           |                   | 3               | 42,6         | 113          | 281          | 75,94                                     |
|                           |                   | 4               | 60,2         | 149          | 400          | 51,73                                     |
|                           |                   | 5               | 65,7         | 169          | 454          | 46,35                                     |

Tablo 1’de verilen bilgiler doğrultusunda nozul çapının büyümesiyle toz boyut değerlerinin arttığı açık bir şekilde görülmektedir. Tablo 1’de verilen bilgiler göz önüne alındığında, üretilen en ince toz boyutu 23,5 µm, en kaba toz boyutu ise 454 µm olarak ölçülmüştür ve bu parametrelerde, 23,5 µm altı tozların üretilmediği gözlemlenmiştir. Bunun yanısıra Tablo 1’de verilen bilgilerden nozul çapının, gaz atomizasyonu ile toz üretiminde toz boyutuna önemli derecede etkisinin olduğu tespit edilmiştir. Uslan ve Küçükarslan, “gaz atomizasyonu yöntemi ile kalay tozu üretimi gerçekleştirilerek üretim parametrelerinin toz özelliklerine etkileri” başlıklı yaptıkları çalışmalarında nozul çapının etkisini vurgulamışlardır [12].

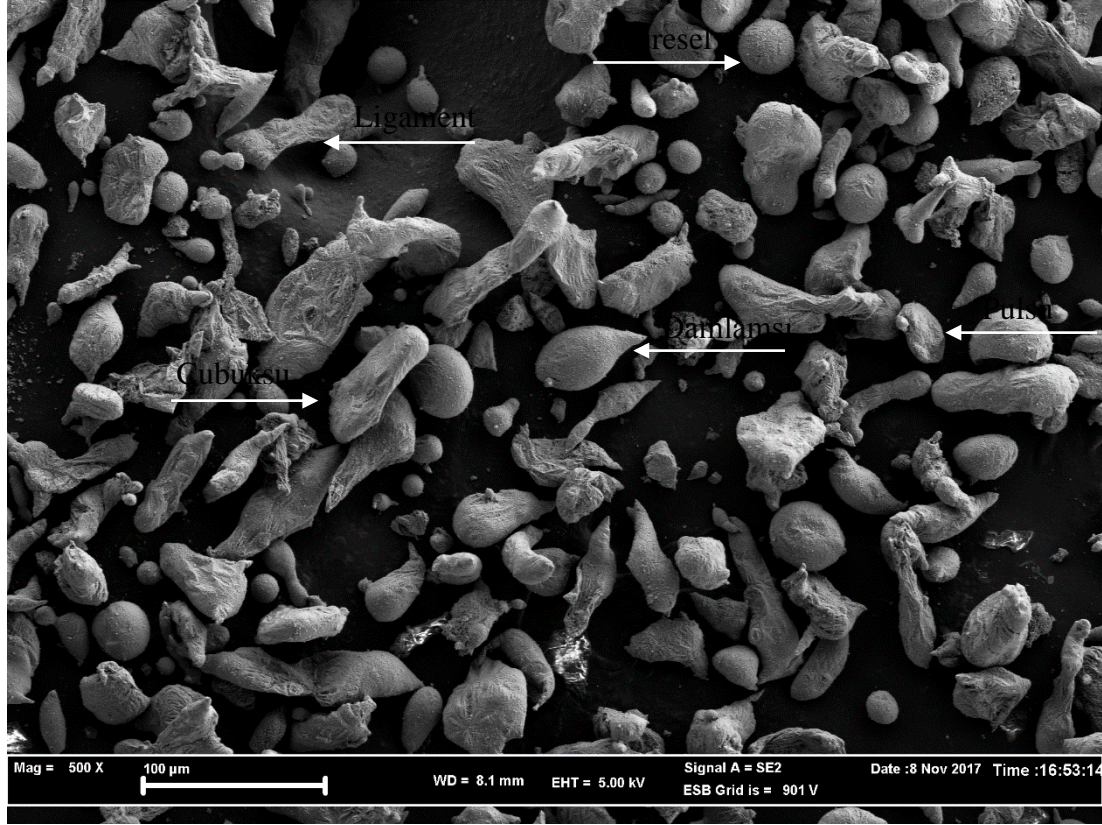
Üretilen magnezyum alaşımı AM60 tozlarının SEM görüntüleri Şekil 1’de verilmiştir.



Şekil 2. Magnezyum alaşımı AM60 tozlarının SEM görüntüleri.

Şekil 2’de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde nozul çapının küçülmesi ile yüzeyde yayılan tozların toz boyutlarının küçüldüğü görülmektedir. Toz boyutunun nozul çapının küçülmesi ile arttığını, Şekil 1’de verilen SEM görüntüleri ve Tablo 1’de verilen bilgilerle birlikte desteklenmektedir. Kayalı ve Ünal “Gaz Atomizasyonu İle Metal Tozu Üretiminde Toz Boyutunun Sayısal Çözümleme İle Belirlenmesi” isimli yaptıkları çalışmalarında nozul çapının artmasıyla toz boyutunun küçüldüğünü vurgulamışlardır [13].

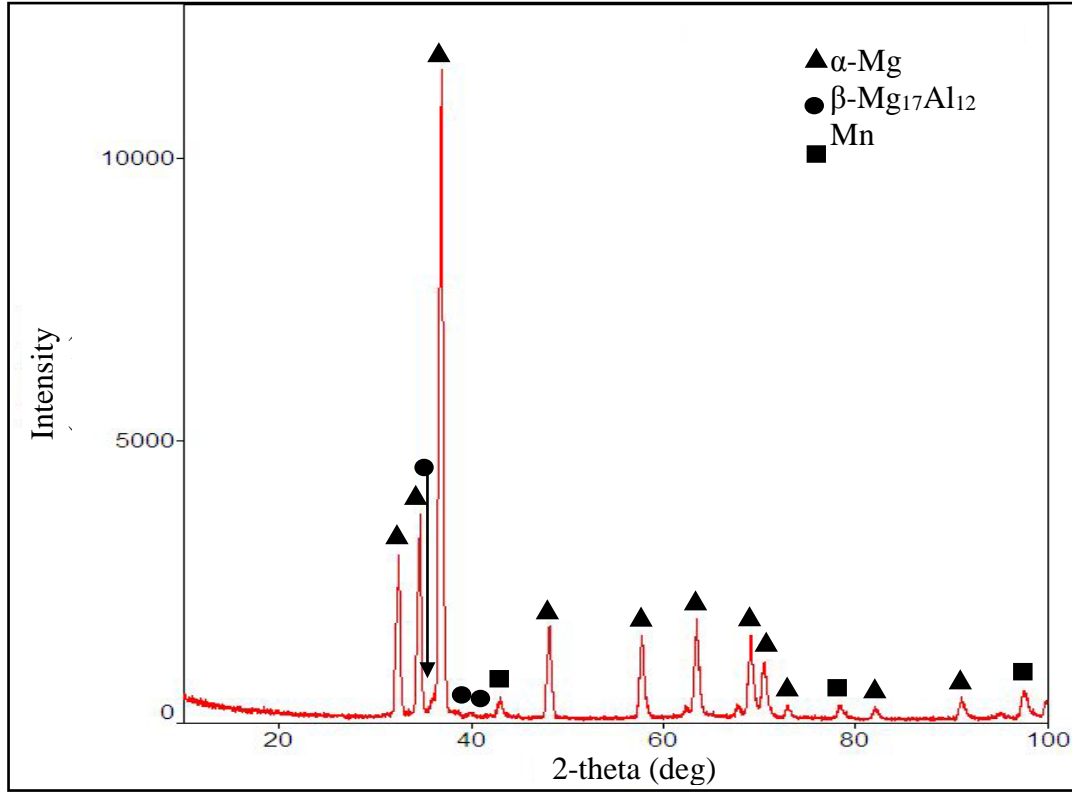
Üretilen magnezyum alaşımı AM60 tozlarının genel görünümünü gösteren SEM görüntüsü Şekil 3’de verilmektedir.



Şekil 3. Üretilen AM60 tozunun genel görünümünü gösteren SEM görüntüsü.

Şekil 3’de verilen SEM görüntüsünde tozların genel görünümünün ligament, damlamsı, çubuksu, pulsu ve küresel şekilli olduğu görülmektedir. Büyük nozul çaplarında toz şekli genel olarak karmaşık, ligament ve damlamsı şekillerde olduğu halde, küçük nozul çaplarında toz şeklinin ligament ve damlamsı yapıdan küresele doğru değiştiği yorumlanmaktadır.

Şekil 4’de magnezyum alaşımı AM60 tozunun XRD sonucu verilmiştir.



**Şekil 4.** Magnezyum alaşımı AM60 tozunun XRD grafiği.

XRD sonuçları incelendiğinde, yapıda  $\alpha$  (Magnezyum ana matris) fazı,  $\beta$  fazı olan Mg17Al12 ve Mn fazı görülmektedir. Çökelti, katılaşma yoluna bağlı olarak Mg17Al12 bileşimini oluşturmaktadır [14,15]. Mg17Al12 çökeltilerinin, AM60 alaşımı için, süneklik pahasına mekanik bir güçlendirme sağladığı bilinmektedir [16]. Alaşımın mekanik davranışı, çökelti miktarına, morfolojisine ve boyutuna bağlıdır. AM60 alaşımında, 120 °C'nin üzerinde Mg17Al12 fazının yumuşaması nedeniyle mukavemet ve sürünme direnci özelliklerini kaybeder [17]. AM60, hexagonal sıkı paket  $\alpha$ -Magnezyum ve ötektik  $\alpha+\gamma$  ( $\gamma$  fazı, hacim merkezli kübik  $\alpha$  fazı +  $\beta$ -Mg17Al12 fazı olarak adlandırılır.) fazlarından oluşur.  $\beta$  fazının çökeltmesi sürekli ve süreksiz çökeltme olarak iki şekilde meydana gelir [18,19].

Külçe halinde temin edilen AM60 malzemesinin XRF kimyasal analizi sonucu Tablo 2'de verilmiştir. Buna ek olarak Tablo 3'de ise gaz atomizasyon yöntemi ile üretilen magnezyum alaşımı AM60 tozunun XRF kimyasal analiz sonuçları verilmiştir.

**Tablo 2.** Magnezyum alaşımı AM60 külçesinin kimyasal bileşimi.

| Element    | Al   | Mn   | Si   | S    | Ca   | Mg    |
|------------|------|------|------|------|------|-------|
| İçerik (%) | 6,35 | 0,31 | 0,03 | 0,01 | 0,01 | Kalan |

**Tablo 3.** Üretilen AM60 tozlarının kimyasal (XRF) analiz sonuçları.

| Element    | Al   | Mn   | Si   | S     | Ca    | Mg    |
|------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| İçerik (%) | 6,18 | 0,23 | 0,02 | 0,007 | 0,005 | Kalan |

Tablo 2 ve 3 incelendiğinde gaz atomizasyonu ile toz olarak üretilen AM60 malzemesinin kimyasal bileşiminin neredeyse aynı olduğu tespit edilmiştir. Kimyasal bileşimin neredeyse aynı olarak kalması, gaz atomizasyon sistemi ile toz üretiminde ne derece önemli olduğunu göstermektedir.

#### 4. GENEL SONUÇLAR

Gaz atomizasyonu yöntemi ile üretilen magnezyum alaşımı AM60 tozu için aşağıdaki sonuçlar çıkarılmıştır.

1. Gaz atomizasyonu yöntemi ile toz üretimi Gaz Atomizasyon Ünitesi'nde gerçekleştirilerek, farklı şekil ve boyutlarda tozlar elde edilmiştir. En küçük toz boyutu 2 mm nozul çapında elde edilmiştir.
2. Nozul çapının küçülmesi ile toz boyutunun da küçüldüğü ve toz şeklinin değiştiği tespit edilmiştir.
3. XRD sonuçlarında, yapıda  $\alpha$  (Magnezyum ana matris) fazı,  $\beta$  fazı olan  $Mg_{17}Al_{12}$  ve Mn fazı tespit edilmiştir.
4. XRF kimyasal analiz sonuçlarında gaz atomizasyonu ile toz olarak üretilen AM60 malzemesinin kimyasal bileşiminin neredeyse aynı olduğu tespit edilmiştir.

#### KAYNAKLAR

1. Oğuz, Ş., Öztürk, Z., Uzun, E., Kurt, A. ve Boz, M., "Gaz atomizasyonu yöntemi ile kalay tozu üretiminde gaz basıncının toz boyutu ve şekline etkisi", 6th International Advanced Technologies Symposium (IATS'11), Elâzığ, 565-568 (2011).
2. Boz, M. ve Kurt, A., "Toz metal fren balata malzemelerinin sürtünme-aşınma performansı üzerine çinkonun etkisi." Gazi Üniversitesi MühendislikMimarlık Fakültesi Dergisi, 21.1 (2006).
3. Sarıtaş, S., Türker, M. ve Durlu, N., "Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri", Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları, Ankara, (2007).
4. Sarıtaş, S., and Doğan, C., Metal powder production by centrifugal atomization, Int. J. Powder Metallurgy, 30, 419 – 427 (1994).
5. Yıldız, E.S., "Gaz Atomizasyonu İle Metal Tozu Üretiminde Nozul Geometrisinin Toz Boyutuna Etkisinin Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya, 5-14 (2007)
6. Öztürk, F. ve Kaçar, İ., "Magnezyum alaşımları ve kullanım alanlarının incelenmesi", Niğde Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, Cilt 1 Sayı 1: 12-20 (2012).
7. Öztürk, Z., Aslan H., Uzun E. ve Boz, M., "Gaz Atomizasyon Yöntemi ile Al 2024 Tozu Üretimi ve Karakterizasyonu", 7. th International Powder Metallurgy Conference, 24-28 Haziran, (2014).
8. Mordike B.L., and Ebert T., "Magnesium Properties—Applications—Potential", Mat. Sci. Eng. A, 302, p: 37-45, (2001).



9. Benedyk J.J., “Magnesium Challenges Aluminum Dominance as the Light Metal of Choice in Automotive Markets”, Light Metal Age-The International Magazine of Light Metal Industry, October 2004.
10. American Society for Testing and Materials-ASM, Metal Handbook, Forming and Forging, 14, p: 791-804, 9th Edition, 1988.
11. Derin, C. B., “Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi Yöntemi İle Tungsten Borür Tozu Üretimi” (Doctoral dissertation, Fen Bilimleri Enstitüsü) (2009).
12. Uslan, İ., ve Küçükarslan, S., “Kalay tozu üretimine gaz atomizasyonu parametrelerinin etkisinin incelenmesi”. Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 25(1) (2010).
13. Kayalı, Y.E. ve Ünal R., “Gaz Atomizasyonu İle Metal Tozu Üretiminde Toz Boyutunun Sayısal Çözümleme İle Belirlenmesi”, Gazi Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, (2018).
14. Grant, N.J., "Recent trends and developments with rapidly solidified materials." Metallurgical and Materials Transactions A 23.4, 1083-1093 (1992).
15. Daloz, D., and Michot, G., “Influence of the consolidation step on the mechanical properties of rapidly solidified Mg-Al-Zn alloys”, Int. J. Rapid Solidif., 9, 289e304 (1996).
16. Rajan, T. P. D., Jayakumar, E. and Pai. B.C., "Developments in solidification processing of functionally graded aluminium alloys and composites by centrifugal casting technique." Transactions of the Indian Institute of Metals 65.6, 531-537 (2012).
17. Pai, B. C., Pillai, U. T. S., Manikandan, P., and Srinivasan, A., “Modification of AZ91 Mg alloys for high temperature applications.” Transactions of the Indian Institute of Metals, 65(6), 601-606 (2012).
18. Zhang, J. M., Jiang, B. L., Wang, Z. H., Yuan, S., Nan, H. Q., and Luo, H. B., “Influence of aging modes on microstructure and mechanical properties of AZ80 magnesium alloy.” Research & Development (2007).
19. Boby, A., Pillai, U. T. S., and Pai, B. C., “Effect of Pb Addition on the Discontinuous and Continuous Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>-β Precipitate During Solidification of AZ91 Magnesium Alloy.” Transactions of the Indian Institute of Metals, 66(2), 105-108 (2013).