

**Atf İçin:** Salur E, Acarer M, Nazik C, 2021. Mekanik Alaşımlama Süresinin Toz Metalurjisi ile Üretilen AA7075 Matrisli Nanokompozit Malzemelerinin Sertliklerine Etkisi, 11(3): 2218-2231.

**To Cite:** Salur E, Acarer M, Nazik C, 2021. The Effect of Mechanical Alloying Time on the Hardness of AA7075 Matrix Nanocomposite Materials Produced via Powder Metallurgy, 11(3): 2218-2231.

## Mekanik Alaşımlama Süresinin Toz Metalurjisi ile Üretilen AA7075 Matrisli Nanokompozit Malzemelerinin Sertliklerine Etkisi

Emin SALUR<sup>1\*</sup>, Mustafa ACARER<sup>1</sup>, Cihad NAZİK<sup>1</sup>

**ÖZET:** Yaygın olarak kullanılan karbür parçacıkları göz önüne alındığında, titanyum karbür (TiC), sahip olduğu üstün fiziksel, mekanik özellikleri ve özellikle alüminyum ile uygun ara yüzey bağlanma yeteneğine sahip olması nedeniyle sıkça tercih edilen bir takviye malzemesi olarak kabul edilir. Bu çalışmada, ağırlıkça 3% nano titanyum karbür parçacıkları (n-TiC) ile takviyelendirilmiş AA7075 alaşım matrisli kompozit malzemeler, bilyeli öğütme ve ardından sıcak presleme yoluyla başarıyla üretilmiştir. Öğütme süresinin (15 dk., 2 ve 10 sa.) tozların morfolojisi ve kristalografik özellikleri üzerindeki etkisi taramalı elektron mikroskobu, parçacık boyutu analizi ve X-ışını kırınımı ile karakterize edilmiştir. Öğütülmüş tozların konsolidasyonu 30 dakika boyunca uygulanan 400 MPa basınç ve 430 °C sıcaklık değerlerinde sıcak presleme yöntemi ile sağlanmıştır. Ayrıca, öğütme süresinin n-TiC/AA7075 kompozitlerinin mikro yapıları ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi, optik mikroskop ve sertlik sonuçları ile değerlendirilmiştir. Sonuçlar, aşırı plastik deformasyon sonucu sertleşen nano parçacıkların artan öğütme süresiyle matris içerisinde homojen olarak dağılması nedeniyle başlangıç AA7075 alaşım malzemesine kıyasla üç kat daha fazla sertlik değerlerine ulaşıldığını ortaya koymuştur.

**Anahtar Kelimeler:** AA7075, n-TiC, mekanik alaşımlama, öğütme süresi, mikro yapı, sertlik

## The Effect of Mechanical Alloying Time on the Hardness of AA7075 Matrix Nanocomposite Materials Produced via Powder Metallurgy

**ABSTRACT:** Considering commonly used carbide particles, titanium carbide (TiC) is frequently preferred reinforcement material due to its superior physical, mechanical properties and especially its good bonding ability with aluminum. In this study, 3 wt.% nano titanium carbide particles (n-TiC) reinforced with AA7075 alloy matrix were successfully produced by a high energy planetary ball milling followed via hot pressing process. The effect of milling time (15 minutes, 2 hours, and 10 hours) on the morphology and crystallographic properties of the milled powders was characterized by scanning electron microscopy, particle size analysis and X-ray diffraction. The consolidation of the milled powders was achieved by hot pressing method under 400 MPa pressure and 430 °C temperature for 30 minutes. In addition, the effect of milling time on microstructure and mechanical properties of n-TiC/AA7075 composites was evaluated by optical microscope and hardness results. The results showed that three times the hardness values were accomplished compared to the initial AA7075 alloy material. The reason for this is that the nanoparticles which are hardened because of excessive plastic deformation were homogeneously distributed in the matrix with prolonging milling time.

**Keywords:** AA7075, n-TiC, mechanical alloying, milling time, microstructure, hardness

<sup>1</sup>Emin SALUR ([Orcid ID: 0000-0003-0984-3496](https://orcid.org/0000-0003-0984-3496)), Mustafa ACARER ([Orcid ID: 0000-0003-2876-4881](https://orcid.org/0000-0003-2876-4881)), Cihad NAZİK ([Orcid ID: 0000-0003-2000-1185](https://orcid.org/0000-0003-2000-1185)), Selçuk Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Konya, Türkiye

\*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: Emin SALUR, e-mail: esalur@selcuk.edu.tr

Bu çalışma Emir SALUR'un Doktora tezinden üretilmiştir.

## GİRİŞ

Çok çeşitli metal matris malzeme grupları arasında, alüminyum esaslı metal matris kompozitler (MMK'ler) mühendislik ve yapısal uygulamalar için en uygun malzeme gruplarından biri olarak kabul edilir (Varol ve ark., 2013). Son yıllarda alüminyum esaslı MMK'ler, hafif olmaları, uygun mekanik özellikleri, kolay erişilebilirlikleri ve belki de en önemlisi düşük maliyetleri nedeniyle otomotiv, denizcilik, havacılık ve uçak endüstrilerindeki çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır (Azimi ve ark., 2015). 7xxx serisi, içerdiği alaşım elementleri sayesinde yüksek mekanik özelliklerinden dolayı alüminyum alaşımları arasında en yaygın kullanılan malzeme gruplarından birisidir (Joshi ve ark., 2015). Ancak bu alaşımların kullanım alanları, yüksek aşınma direnci, ısı kararlılık ve yüksek sıcaklıklarda istenilen yüksek mekanik özelliklerden dolayı bazı uygulamalarda sınırlıdır (Calignano ve ark., 2017). Bu nedenle, seramik parçacıklarını geleneksel alaşım malzemelerine takviye ederek MMK'lerin mukavemet, elastisite modülü, aşınma direnci, ısı kararlılık vb. özelliklerini iyileştirmek için çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalarda (Yang ve ark., 2011; Ezatpour ve ark., 2016; Jo ve ark., 2019), nano kompozitler olarak adlandırılan mikron altı veya nano boyutlu parçacıkları matris malzemesine takviye ederek daha iyi yapısal bütünlüğün sağlanması sonucu istenilen özelliklerin iyileştirilmesi amaçlanmıştır.

MMK'ler karıştırımlı döküm (Kumar ve ark., 2013), infiltrasyon (Etemadi ve ark., 2018), difüzyon bağlama (Nami ve ark., 2011), kimyasal buhar biriktirme (He ve ark., 2015), toz metalurjisi (Canakci ve Varol 2014) ve püskürtmeyle şekillendirme (Hodder ve ark., 2012) gibi çeşitli işlemlerle üretilebilir. Toz metalurjisi (TM) yöntemi, eritme yöntemlerine kıyasla daha düşük işlem sıcaklıkları gerektirir (Fang ve ark., 2018). Ayrıca, TM yöntemi ile üretilen makine parçaları neredeyse son şekillerine yakın üretildiği için tornalama, delme, frezeleme gibi ikincil bir talaş kaldırma işlemine gerek yoktur (Aslan, 2020; Kuntoğlu ve Sağlam, 2020). Bu avantajlar, TM yöntemini geleneksel üretim yöntemlerinden daha çekici kılmaktadır. TM işlemi, matris ile takviye malzemesi arasındaki istenmeyen aşamaları ortadan kaldırır (Sap, 2020). Bunlara ek olarak, matris boyunca homojen takviye parçacıklarının dağılımını elde etmek için de TM işlemi kullanılır (Uzun ve Usca, 2018). MMK'lerin nihai özellikleri, matrisin ve takviye malzemelerinin özelliklerine, takviye malzemesi ile matris arasındaki ara yüzey bağına bağlı olarak değişir (Salur ve ark., 2019).

Mekanik alaşımlama (MA), takviye malzemelerinin segregasyonunu ve aglomerasyonunu önleyen ve takviye nanoparçacıklarının alüminyum veya diğer metalik alaşım matris malzemesi içerisinde homojen dağılımını sağlayan bir yöntemdir (Suryanarayana, 2001). Mekanik alaşımlama, bilyeli öğütme sistematığı içerisinde tekrarlanan deformasyon ve kırılma mekanizmaları sonucunda homojen nano kristalin alaşımların ve nanokompozitlerin üretimini sağlayan oldukça etkili bir tekniktir (Canakci ve ark., 2012). Yüksek enerjili bilyeli öğütme (mekanik alaşımlama) tekniği, geleneksel talaşlı imalat veya döküm teknolojileriyle elde edilmesi karmaşık ve pahalı olan hem sert hem de mukavemetli kompozit malzemeleri üretmek için kullanılır (Li ve ark., 2019). Fakat, bilyeli öğütülmüş ürünlerin üstün mekanik özelliklere sahip olabilmesi uygulanan üretim yöntemleri ve öğütme parametrelerine bağlı olarak değişmektedir (Varol ve Canakci, 2013). Yapılan kaynak araştırmasına göre (Canakci ve ark., 2012; Zhao ve ark., 2015; Li ve ark., 2016), mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı boyutlarda (mikron, mikron altı, nano) ve tiplerde (oksit, karbür, nitrür) takviye malzemelerinin farklı matris malzemeleri içerisinde dağıtılmasıyla çeşitli nano-kompozit malzemelerin üretildiği görülmektedir.

Konuyla ilgili benzer bir çalışmada mekanik alaşımlama yöntemi (10, 30 ve 50 saat) ile yüksek mukavemetli TiC takviyeli AA7075 matrisli nanokompozit malzeme üretmeyi amaçlamışlardır (Azimi ve ark., 2015). Nanokompozitlerin mekanik özelliklerinin üretim parametrelerine, özellikle sıcak

sinterleme basıncına göre değiştiğini belirtmişlerdir. Bir başka çalışmada (Liu ve ark., 2018) ise sinterleme sıcaklığının B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075 matrisli kompozit malzemelerin mikro yapısı ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ile tane boyutunun arttığını bunun yanında gözeneklilik değerlerinin azaldığını ifade etmişlerdir. 450 °C'de sinterlenen numunelerin en iyi mekanik özelliklere sahip olduğunu bildirmişlerdir. Homojen olarak dağıtılmış TiC seramik parçacıklarına sahip AA7075 matrisinin, takviyesiz AA7075 alaşımına göre daha yüksek performans ve yüzey davranışı gösterdiğini bildirmişlerdir (Ramkumar ve ark., 2019). Başka bir çalışmada ise farklı öğütme sürelerinde nano TiC parçacıklarını (n-TiC) mikron boyutlu AA 6005 matrisine takviye etmişlerdir. Nanokompozit tozların sertliğinin, öğütme süresinin artması sonucu arttığını ve mekanik özellikler üzerinde mekanik alaşım süresinin takviye oranından daha etkili olduğu rapor edilmiştir (Cabeza ve ark., 2017).

MMK'lerin bilyeli öğütme ve sıcak presleme işlemi yoluyla üretimi üzerine yayınlanmış çalışmalara göre (Charkhi ve ark., 2010; Cabeza ve ark., 2017; Ramkumar ve ark., 2019), öğütme süresinin öğütülmüş n-TiC/AA7075 kompozit tozlarının toz morfolojisi ve kristalografik yapısı üzerindeki etkisi hakkında kapsamlı bir bilgiye rastlanılmamıştır. Bu nedenle, bu çalışmada, öğütme süresinin tozların morfolojisi, kristalografik özellikleri, parçacık boyutu ve dağılımı üzerindeki etkisini incelemek amaçlanmıştır. Ayrıca, öğütülmüş tozların sinterlenen numunelerin yapısında ne gibi değişiklikler meydana getirdiği, n-TiC/AA7075 malzemelerin konsolidasyon davranışı ve sahip oldukları sertlik değerlerinde meydana gelen değişimler ve mikro yapısal gelişim sonuçları ile değerlendirilmiştir.

## MATERYAL VE METOT

### Materyal

Bu çalışmada, metal matris kompozitler (MMK'ler) üretmek için alüminyum alaşım (AA7075) matrisi içerisinde takviye malzemesi olarak nano parçacık titanyum karbür (n-TiC) kullanılmıştır. Matris malzemesi olan AA7075 tozu Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Makine Mühendisliği Laboratuvarı'nda gaz atomizasyonu yöntemi ile üretilmiştir. Üretilen AA7075 tozunun ve Sigma Aldrich firmasından ticari olarak satın alınan n-TiC'ün ortalama parçacık boyutları sırasıyla (46 µm) ve (40 nm)'dir. AA7075 alaşımının kimyasal bileşimi Çizelge 1'de verilmiştir ve AA7075 alaşımı ağırlıkça %3 n-TiC ile takviye edilmiştir. Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM-JEOL JEM-2100 modeli), Şekil 1'de gösterildiği gibi ortalama boyutu yaklaşık 40 nm olan n-TiC'ün gösterilmesi için kullanılmıştır. TiC parçacıklarının prizmatik morfolojiye ve 50 nm'den daha küçük boyutlara sahip oldukları fark edilir.

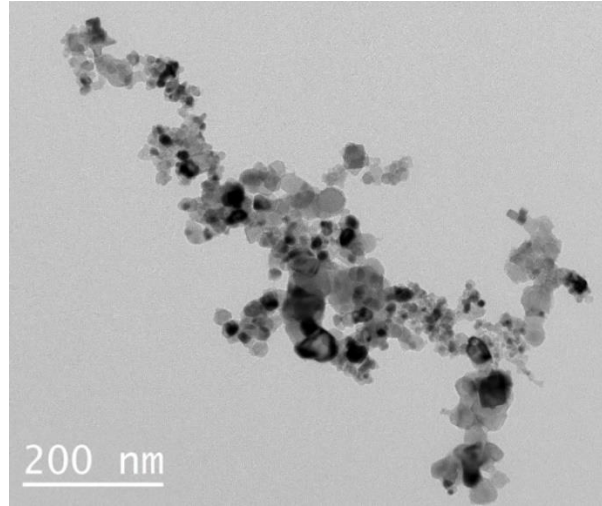
**Çizelge 1.** AA7075 tozunun kimyasal içeriği

Element	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Al
(ağ. %)	6.1	2.9	1.8	0.22	0.15	0.05	Kalan

### Mekanik Alaşım İşlemi ve Toz Karakterizasyonu

Tozlar, 400 dev dk<sup>-1</sup>'da sırasıyla 15 dakika (dk.), 2 saat (sa.), 10 saat (sa.) süreyle RETSCH-PM 100 yüksek enerjili gezegen tipli bilyeli öğütme cihazında öğütülmüştür. Bilye-toz oranı 10:1 olarak seçilmiş ve öğütme işlemi için 10 mm çapında tungsten karbür (WC) bilyeler kullanılmıştır. İşlem kontrol katkı elemanı olarak ağırlıkça %2 metanol kullanılmıştır. Aşırı ısınmanın önüne geçmek için, tüm öğütme süreleri boyunca tozlar 10 dakika öğütülmüş ve 5 dakika dinlendirilmiştir. Öğütülmüş tozların morfolojilerinde meydana gelen değişim, (Hitachi, SU5000) model taramalı elektron

mikroskobu (SEM) kullanılarak analiz edilmiş ve enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS) haritalama yöntemi ile de ana matris elementi Al' un ve takviye elemanı TiC' ün matris içerisinde sergilemiş oldukları elementel dağılım davranışları belirlenmiştir. Öğütülmüş tozların ortalama parçacık boyutu (OPB) ve özgül yüzey alanı (ÖYA), lazer ışığı kırınımından faydalanarak Mastersizer 2000 parçacık boyutu analiz cihazı ile ölçülmüştür. Farklı öğütme sürelerinde tozların kristalografik özelliklerindeki değişiklikleri belirlemek için Rigaku ZSX Primus-II XRD model X-ışını difraktometresi kullanılmıştır.



Şekil 1. Takviye elemanı olarak kullanılan n-TiC malzemesinin TEM görüntüsü

## Üretim

Öğütülmüş tozların karakterizasyonu tamamlandıktan sonra bu tozların konsolidasyonu sıcak presleme yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Sıcak presleme işlemi 400 MPa basınç ve 430 °C sıcaklıkta 30 dakika boyunca uygulanmıştır. Yapılan ön çalışmalarda farklı üretim sıcaklıkları (400 ve 450 oC), basınçları (350 ve 450 MPa) ve sinterleme süreleri (15 dk. ve 60 dk.) denenmiştir. Fakat belirlenen parametrelerin altındaki değerlerde gerekli yapısal bütünlüğün sağlanamadığı tespit edilmiştir. Seçilen parametrelerden fazla olan değerlerde ise sıvama problemiyle karşılaşmıştır. Bu nedenle en uygun üretim parametreleri yapılan ön çalışmaların sonucuna göre seçilmiştir. Öğütülen tozlar, dişi kalıbın içerisine döküldükten sonra kalıbın ve tozların homojen bir sıcaklık dağılımına ulaşması için bu tozlar dişi kalıpta 30 dakika sabit sıcaklıkta bekletilmiştir. Isıtma işleminin ardından erkek kalıpların eş zamanlı hareketi ile sıkıştırma işlemi gerçekleştirilmiş ve tüm aşamalar tamamlandıktan sonra MMK'ler kalıptan çıkarılmıştır. Kompozitleri üretmek için kullanılan test cihazları ve uygulanan deneysel çalışma aşamaları Şekil 2'de gösterilmektedir. Ayrıca çalışmada kullanılan deney parametreleri Çizelge 2' de gösterilmektedir. Sıcak presleme süreci ve benzeri hazırlama teknikleri hakkında daha detaylı bilgiler literatürdeki bazı çalışmalarda (Chen ve Huang, 2013) olduğu gibi yayınlanmış olan diğer çalışmalarımızda da yer almaktadır (Aslan ve ark., 2018; Aslan ve ark., 2018; Aslan ve ark., 2019).



Şekil 2. Kompozit malzemeleri üretmek için izlenen deneysel çalışma aşamaları ve kullanılan cihazlar

Çizelge 2. Çalışmada kullanılan malzemeler ve uygulanan deney parametreleri

Öğütme Parametreleri				Sıcak Pres Parametreleri			Malzeme
Öğütme Hızı (dev dk <sup>-1</sup> )	Bilye toz oranı (BTO)	İKK (ağ. %)	Öğütme Süresi	Basınç (MPa)	Sıcaklık (°C)	Süre (dk.)	
-	-	-	-	-	-	-	Başlangıç AA7075
400	10: 1	2	15 dk.	400	430	30	%3 n-TiC/AA7075
400	10: 1	2	2 sa	400	430	30	%3 n-TiC/AA7075
400	10: 1	2	10 sa	400	430	30	%3 n-TiC/AA7075

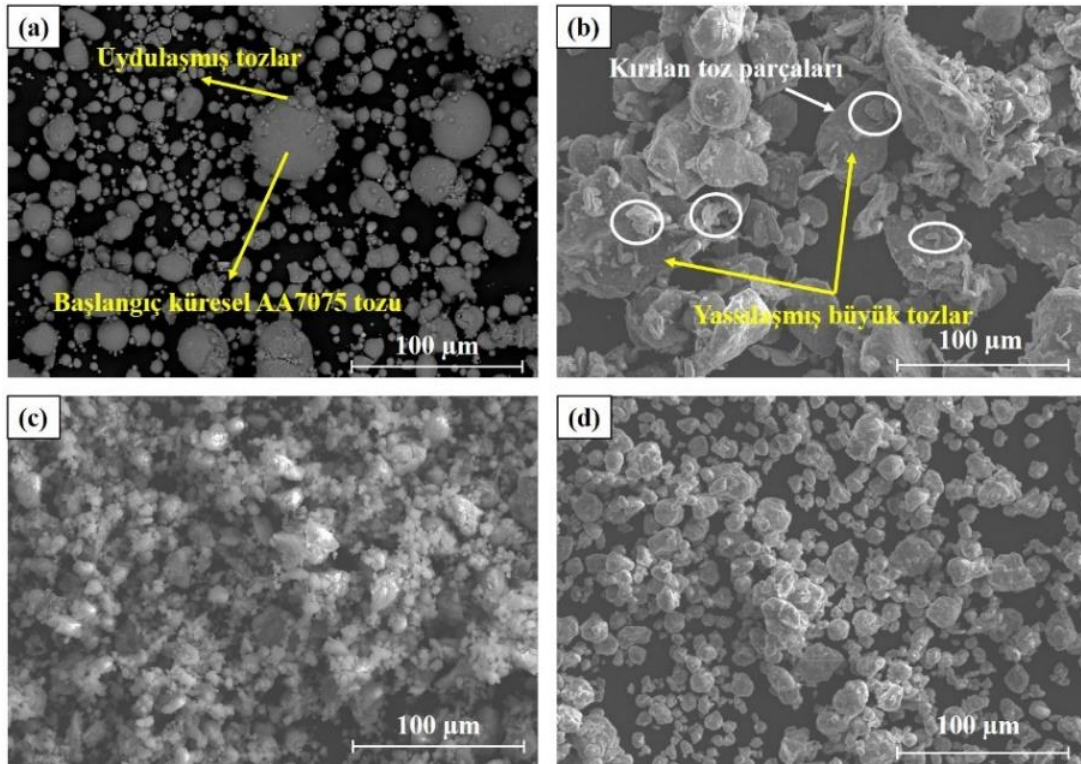
## BULGULAR VE TARTIŞMA

### Öğütme Süresinin Tozların Morfolojisine ve Kristalografik Özelliklerine Etkisi

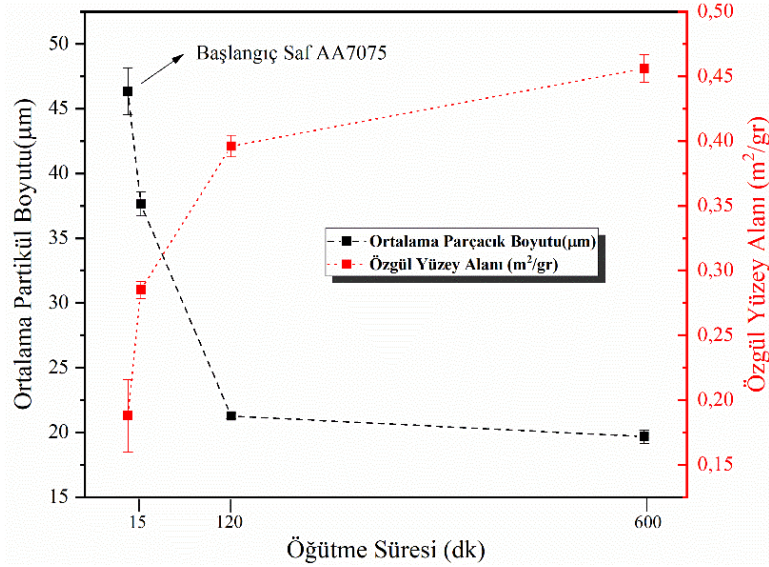
Takviyesiz AA7075 alaşımlarının (Şekil 3(a)'da görüldüğü gibi) ve öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak ağırlıkça %3 n-TiC takviyeli AA7075 kompozit tozlarının SEM görüntüleri Şekil 3(b-d)'de gösterilmektedir. Şekil 4 ise, bilyeli öğütme süresine göre tozların ortalama parçacık boyutunda (OPB) meydana gelen değişimleri göstermektedir. Şekil 3(a)'da morfolojisi görülen takviyesiz AA7075 alaşım tozlarının OPB'u Şekil 4'te gösterildiği gibi  $46.40 \pm 1.4 \mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Şekil 3(b)'de gösterildiği gibi, 15 dk. öğütülmüş tozlar hafifçe yassılaşmaya başlamıştır ve Şekil 4'te gösterildiği üzere ortalama parçacık boyutu  $37.62 \pm 0.5 \mu\text{m}$  ölçülmüştür. Yassılaştıran toz parçacıklarının sayısının artmasından dolayı parçacık boyutunda bir artış beklenirken, gaz atomizasyonu ile üretilen takviyesiz AA7075 alaşım tozları üzerindeki uydulaşmış tozlarının kırılmasının sonucu olarak OPB'u azalmıştır. Başlangıç AA7075 alaşım tozları dikkate alındığında, bu tozların hemen hemen homojen bir parçacık boyutu dağılımı sergilediği Şekil 5'te fark edilir. 15 dakikalık bilyeli öğütmeden sonra ise yassılaştıran nispeten büyük parçacıkların kademeli olarak kırılmaya başladığı görülmektedir. Şekil 5'te görüldüğü gibi 15 dakikalık öğütme sonrasında parçacık boyut dağılımının pik noktasında küçük bir azalma ve sola doğru küçülme eğilimi görülmüştür. 2 saatlik bilyeli öğütmeden sonra, bu parçalanmış ve yassılaştıran parçacıklar Şekil 4'te gösterildiği gibi OPB'unda azalmaya neden olarak asimetrik bir davranış sergiler. 15 dakikadan 2 saate kadar öğütme süresinin artması ile OPB'unda ciddi bir azalma gözlemlenir ve  $21.26 \pm 0.3 \mu\text{m}$

boyutuna sahip tozlar oluşur. Bu sert indirgemenin ana nedenlerinden biri, yassılaştırılmış tozların, 15 dakikalık öğütmeden sonra parçalanmış uydulara ek olarak daha küçük toz parçacıklarına kırılmasıdır. 10 saat öğütüldükten sonra, tozların OPB'u Şekil 4'te gösterildiği gibi minimum  $19.67 \pm 0.4 \mu\text{m}$  seviyesine ulaşır. 10 saat boyunca öğütülen tozlar Şekil 5'te görüldüğü gibi dar bir boyut dağılımı ve hatta başlangıç AA7075 alaşım tozlarından daha yüksek bir tepe gösterir. Bunun nedeni yüksek enerjili bilyeli öğütmenin son aşamasında olan kırılma ve soğuk kaynak mekanizması arasındaki yaklaşık olarak aynı oranda değişen parçacık hızının neden olduğu dinamik dengenin sağlanmasıdır. Başka bir deyişle, daha büyük parçacıklar küçülür ve daha küçük parçacıklar benzer bir oranda büyür. Bu, yaklaşık olarak eş eksenli parçacıkların oluşmasına yol açar. Bu arada, hem Şekil 3 hem de Şekil 5'te gösterildiği gibi, parçacık boyutu dağılımında 2 saat öğütme süresinden 10 saat öğütme süresine geçerken çok modlu davranıştan tek modlu davranışa eğilim olduğu gözlemlenmiştir. Genel olarak, öğütme işleminin ilk aşamasından son aşamasına kadar OPB'u azaldığı ifade edilebilir. Bunun nedeni, öğütme işlemi sırasında şiddetli plastik deformasyon ve kırılma mekanizmasına ek olarak bilye-hazne, bilye-bilye ve toz-toz çarpışmalarının meydana gelmesidir.

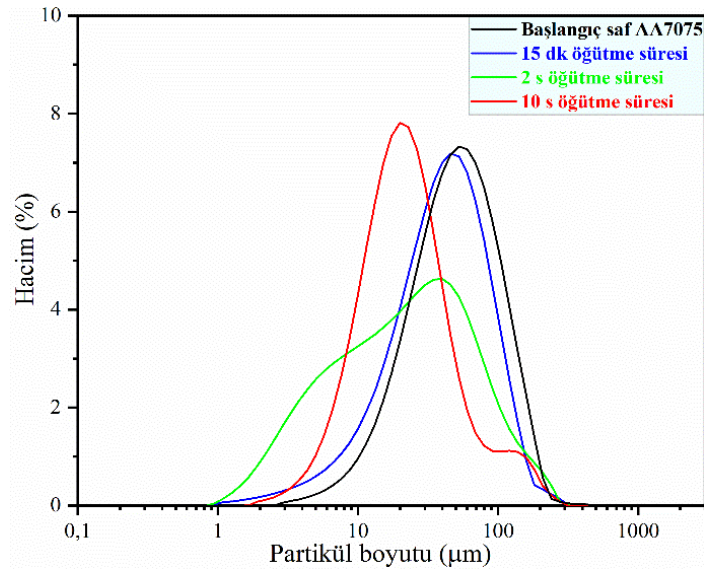
Öğütme süresinin artması sonucu parçacık boyutunda azalma görünürken özgül yüzey alanı değerlerinde artış gözlemlenmiştir. Şekil 4'te gösterildiği gibi, öğütme işleminin ilk aşamalarında özgül yüzey alanında (ÖYA) önemli bir artış vardır. Bunun nedeni, nano parçacıkların yeterli öğütmeye tabi tutulmadıkları için AA7075 alaşım tozlarına kıyasla çok daha yüksek ÖYA'na sahip olmalarıdır. Öğütmenin son aşamalarında ÖYA değerlerinin arttığı görülmektedir. Bilyeli öğütme işlemi sırasında deforme olan parçacıkların özgül yüzey alanı, bilye darbelerinin şiddetli deformasyonunun bir sonucu olarak parçacık boyutundaki küçülme nedeniyle artar.



Şekil 3. (a) Başlangıç AA7075, (b) 15 dk., (c) 2 sa. ve (d) 10 sa. öğütülmüş n-TiC/AA7075 tozlarının SEM görüntüsü

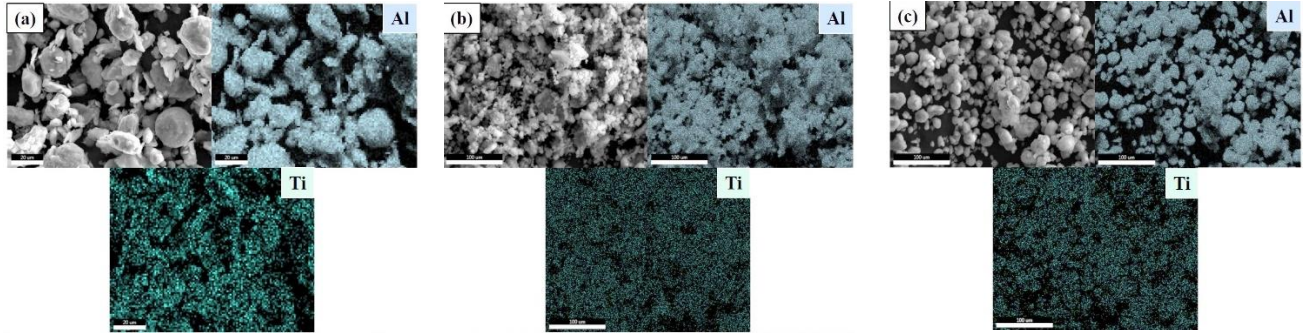


Şekil 4. Öğütme süresine bağlı olarak ortalama parçacık boyutlarının (OPB) ve özgül yüzey alanlarının (ÖYA) değişimi



Şekil 5. Başlangıç AA7075 alaşımının ve farklı öğütme sürelerine sahip n-TiC/AA7075 tozlarının hacimce parçacık boyutu dağılımı (PBD) profili

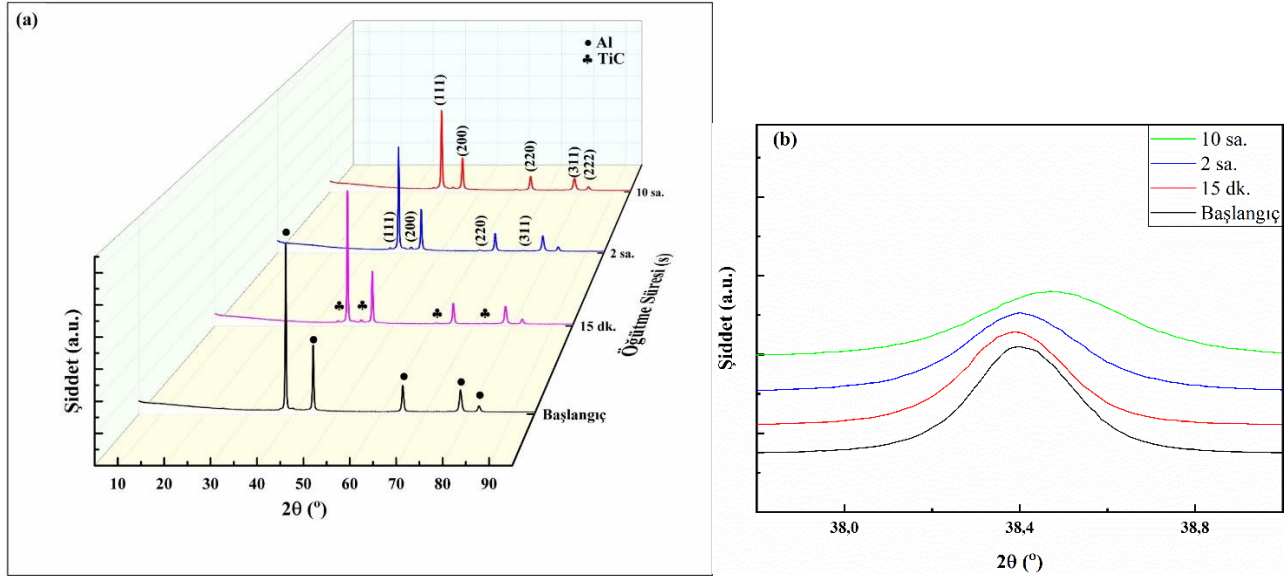
AA7075 matrisi içindeki nano parçacıkların dağılım davranış eğilimini daha kesin bir şekilde incelemek için öğütülmüş tozların EDS haritalama görüntüleri Şekil.6'da göstermektedir. AA7075 matrisi içindeki n-TiC dispersiyonu, öğütme süresinin artmasına bağlı olarak gelişmektedir. Şekil 6(a)'da gösterildiği gibi, 15 dakikalık kısa öğütme süresinde matris içindeki n-TiC dispersiyonunda belirgin bir değişiklik gözlenmemiştir ve matris yüzeyinde topaklandığı tespit edilmiştir. Bu durumun artan öğütme süresi ile yavaş yavaş ortadan kalktığı söylenebilir. Şekil 6(b), 2 saat öğütülmüş tozlardaki takviye elemanının dağılımını göstermektedir. 15 dakika öğütmede gözlemlenen aglomere olmuş nano parçacıklar bu öğütme sistemi içerisinde nispeten homojen bir dağılım göstermiştir. Şekil 6(c)'de ise nano parçacıkların matris içerisinde net bir şekilde homojen dağılım sergilediği söylenebilir. Bu durum, artan öğütme süresine bağlı olarak tekrarlı kırılma ve soğuk kaynak mekanizmalarının art arda meydana gelmesi sonucu ortaya çıkmıştır. Bu durumda 10 saatlik öğütme süresinin takviye elemanının matris içinde homojen olarak dağıtılması için yeterli olduğu yorumlanır.



**Şekil 6.** Öğütme süresine bağlı olarak n-TiC parçacıklarının AA7075 matrisi içerisinde dağılımı (a) 15 dk, (b) 2 sa, (c) 10 sa

Başlangıç AA7075 alaşım tozuna ve n-TiC/AA7075 öğütülmüş tozlarına karşılık gelen X-ışını kırınım eğrileri Şekil 7(a)'da gösterilmektedir. Hem başlangıç hem de öğütülmüş tozların XRD verilerinde AA7075 (PDF kart No. # 98-006-4700)'in yansıma zirveleri ile hafif n-TiC (PDF kart No. # 98-061-8946) zirveleri gözlemlenir. Şekil 7(b)'de gösterildiği gibi XRD eğrilerinin yakınlaştırılmış görüntüleri incelendiğinde, Al (111) 'in ana yansıma pikinde artan öğütme süresiyle tepe noktalarında pik kayması olarak da adlandırılan durum gözlemlenir. Bu durum katı çözelti mekanizması, takviye malzemelerinin dağılımı veya mekanik alaşım işlemi tarafından tetiklenen aşırı plastik deformasyonun etkisinden dolayı kafes üzerindeki gerilme birikimi veya kafes üzerinde yer alan küçük alaşım elementleri nedeniyle ortaya çıkabilir. Bu nedenle mekanik alaşım sırasında takviye elemanın uygun şekilde matris içerisinde çözüldüğü veya Al matrisine gömüldüğü söylenebilir. Artan öğütme süresi ile mekanik ve katı çözelti kaynaklı kristalit boyutu azalması ve şiddetli plastik deformasyon mekanizmasına bağlı olarak parçalanmış büyük parçacıklara atfedilen görünür tepe genişlemesiyle (Şekil 7(b)'de görüldüğü gibi) pik yoğunluğunda düzenli bir azalma vardır. Artan öğütme süresi ile kafes geriniminde bir artış meydana gelir. Kafes gerinmesi sonucu dislokasyon yoğunluğunda artış oluşur. Kafes gerinmesi ve dislokasyon yoğunluğundaki artış; öğütme işlemi sırasında kısmi plastik deformasyonlardan kaynaklanan dislokasyonlar, kafes yapısının bozulması, boşluklar, ara boşluklar ve diğer benzer kusurlar sonucu ortaya çıkar. Yani, mekanik alaşım işlemi sadece tozların kristalit boyutunu azaltmaz, aynı zamanda hem kafes geriniminin hem de dislokasyon sayısının artışına neden olabilmektedir. Ayrıca nano parçacıkların dislokasyonlarla ilişkisi dislokasyonların hareketliliğini engeller ve bu da dislokasyon yoğunluğunda artışa ve kafeste gerilme birikimine neden olur (Toozandehjani ve ark., 2017). Kristalit boyutundaki azalma, mekanik alaşım işlemi sırasında meydana gelen artan öğütme süresine bağlı olarak aşırı plastik deformasyon sonucu dislokasyon hareketliliğinin engellenmesi sonucu tane sınırlarında yönelme bozukluğundan da kaynaklanabilir (Suryanarayana, 2001). Bunlara ek olarak AA7075 alaşımı ile bu alaşımdan önemli ölçüde daha sert olan prizmatik şekle sahip n-TiC'lerin arasındaki etkileşim, kristalit boyutunda azalmaya neden olur. Bu parametreler, mekanik alaşım işlemi, malzemenin mekanik özelliklerini doğrudan etkilediği için geleneksel yöntemlerden farklı kılmaktadır (Jafari ve ark., 2012).



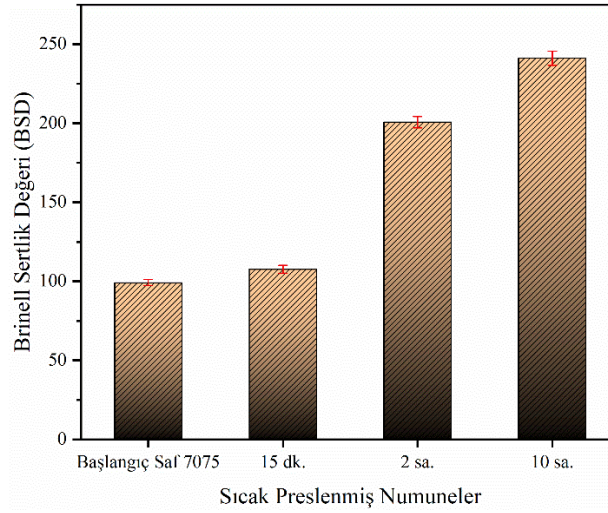


**Şekil 7. (a)** Farklı öğütme sürelerinde AA7075 ve n-TiC/AA7075 tozlarında meydana gelen X-ışını kırınım eğrileri **(b)** pik genişlemesi ve kaymasını gözlemlemek için ana pikin yakınlaştırılmış görüntüsü

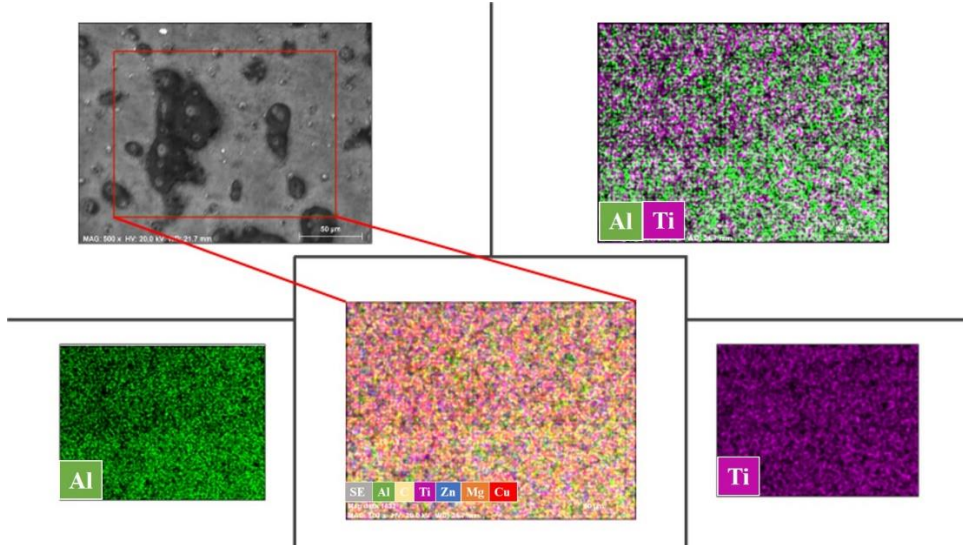
### Öğütme Süresinin Numunelerin Sertliklerine ve Mikro Yapı Özelliklerine Etkisi

Sertlik sonuçları dikkate alındığında, sinterlenmiş MMK'lerin Brinell sertliğinin, öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak arttığı tespit edilmiştir. 10 saat öğütülmüş tozlardan üretilen numunenin, başlangıç AA7075 alaşım tozlarından üretilen numuneye kıyasla neredeyse 3 kat daha fazla sertlik değerine sahip olduğu tespit edilmiştir. Şekil 8'de gösterildiği gibi başlangıç AA7075 alaşım tozu, 15 dk., 2 sa. ve 10 sa. öğütülmüş n-TiC/AA7075 tozların 400 MPa basınç altında 430 °C'de 30 dk. sıcak preslenmesiyle elde edilen MMK numunelerinin sertlik değerleri sırasıyla 99.41, 107.64, 200.72 ve 241.18 BSD olarak ölçülmüştür. AA7075 matrisinden önemli ölçüde daha sert olan n-TiC parçacıklarının varlığı, MMK'lerin sertliğinde bir artışa neden olur. Tüm öğütülmüş tozlardan üretilen kompozitlerin sertlik değerlerinin ilk AA7075 alaşım matrisinden daha yüksek olduğu görülmektedir. Mekanik alaşımlamanın etkisiyle toz parçacıkları üzerinde meydana gelen aşırı plastik deformasyon, bilyeli öğütülmüş tozların geleneksel deformasyon mekanizmalarına kıyasla daha üstün sertlik değerlerine ulaşılmasına neden olmuştur (Zebarjad ve Sajjadi, 2006). Bu tozlar, uzun öğütme süresinden dolayı sertleştirme mekanizmasına maruz kalır ve bu, tozların sertliğinde ve kırılgenliğinde bir artışa neden olur. Öğütülmüş tozların sertlik değerlerinin artması birkaç parametre ile açıklanabilir. Dispersiyon sertleştirme ve katı çözümlü sertleştirme mekanizmaları tozların sertliğini arttırmada etkilidir. Matris içinde homojen olarak dağılmış olan seramik parçacıklar, tozların dispersiyon sertleşmesine neden olabilir ve bu da sonuçta sinterlenmiş numunelerin sertliğinin artmasına neden olur. Diğer bir önemli parametre ise, öğütme sırasında artan dislokasyon yoğunluğundan kaynaklanan kafes gerilmesidir. Dahası, n-TiC parçacıklarının homojen dağılımının iyileştirilmesi ve öğütme süresinin uzatılması, parçacıklar arasındaki mesafeyi azaltır. Bu kısa mesafede dizilmiş olan nano parçacıklar bir engel görevi görür ve sıcak pres sinterleme işlemi sırasında nanokompozit numunelerin tane büyümesi gecikebilir. Diğer bir yandan polikristalin malzemelerin sertlik/mukavemet ile tane boyutu arasındaki ilişkiyi açıklayan Hall-Patch denkleminde göre tane boyutundaki azalma sertlikte artma ile sonuçlanır. Aynı denklem farklı sabitlere sahip nanokristalin malzemelerin özellikleri için de kullanılabilir (Suryanarayana, 2001). Şekil 9'da görüldüğü gibi, artan öğütme süresi sonucu (10 sa.) oluşan aşırı plastik deformasyon ile AA7075 matrisinde n-TiC parçacıklarının homojen dispersiyonu elde edilir ve bu dispersiyon mekanizması dislokasyon hareketini engelleyerek parçacıkları çevreleyen yüksek miktarda dislokasyon yoğunluğuna

neden olur (Wang ve ark., 2010). Yapıda yüksek dislokasyon yoğunluğunun varlığı, tane inceltme mekanizmasını hızlandırır ve matris içerisinde çok sayıda ince alt taneciklerin oluşmasını sağlar. Bitişik alt taneciklerin farklı oryantasyonu ve tane sınırlarının yakınındaki kafes düzensizlikleri, belirli kayma düzleminde dislokasyon hareketliliğini engeller ve dolayısıyla kompozitleri sertleştirir (Casati ve ark., 2014). Bu bağlamda, öğütülmüş tozlardan üretilen numunelerin sertliklerinin başlangıç tozundan üretilen numuneye göre daha yüksek olduğu görülmektedir.



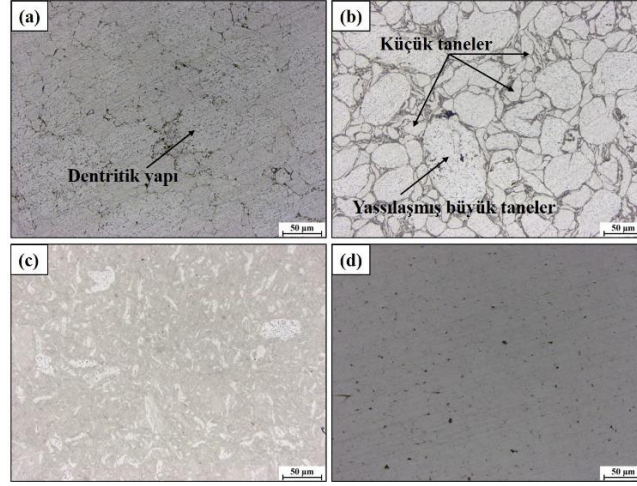
**Şekil 8.** İlk AA7075 alaşımının ve n-TiC/AA7075 kompozitlerinin Brinell sertlik değerlerinin (BSD) öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak değişimi



**Şekil 9.** 10 saat öğütülmüş tozlardan üretilen numunenin EDS haritalama görüntüsü

Şekil 10(a)-(d), sıcak preslenmiş AA7075 alaşımının ve n-TiC/AA7075 kompozitlerinin optik mikroyapı görüntülerini göstermektedir. Her bir toz numunesinin ilk parçacık boyutu dağılımı ve parçacık şeklinin, sinterlenmiş numunelerin nihai mikro yapısını doğrudan etkilediği görülmektedir. Şekil 10(a), ortalama tane boyutu yaklaşık 50 µm olan küresel yapıya sahip sinterlenmiş başlangıç AA7075 alaşımının mikro yapısını göstermektedir. Küresel yapı parçacıklarının bir kısmının, Şekil 10(b)'de gösterildiği gibi 15 dakikalık öğütmeden sonra büyük küresel mikro yapıya sahip hafif yassılaştıran (pulsulaştıran) taneciklere dönüşme eğiliminde olduğu gözlemlenebilir. 15 dk.'lık öğütme süresinden sonra 2 ve 10 saate kadar öğütme süresinin artması ile, başlangıçta öğütülmüş toz

parçacıklarının kendi aralarında, bilyelerin ve haznenin toz parçacıkları ile tekrarlayan çarpışmaları nedeniyle pulsulaşmış tane yapısının rastgele parçalanmış morfolojiye dönüştüğü fark edilir ve tane boyutu kademeli olarak azalır, bu da tozların OPB ve SEM analizlerinin sonuçlarıyla tutarlıdır.



**Şekil 10.** (a) Başlangıç AA7075 tozundan üretilen numunenin (b) 15 dk., (c) 2 sa. ve (d) 10 sa. öğütülmüş tozlardan üretilen numunelerin optik mikro yapı görüntüleri

## SONUÇ

Bu çalışmada n-TiC/AA7075 kompozitleri bilyeli öğütme ve ardından sıcak presleme yöntemi ile üretilmiştir. Tozların morfolojisi ve kristalografik özellikleri, farklı öğütme sürelerine bağlı olarak karakterize edilmiştir. Ayrıca öğütme sürelerinin sıcak preslenmiş MMK'lerin sertlik özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Bu çalışmadaki araştırma sonuçlarını aşağıdaki gibi sıralanabilir:

Artan öğütme süresi ile tozların ortalama tane boyutu azalmışken özgül yüzey alanları artmıştır. Tozların parçacık boyutu ve morfolojisindeki farklılıklar SEM analizleri yardımıyla izlenmiştir. SEM analizleri sonucuna göre, öğütmenin ilk aşamasında (15 dk.) bazı tozların büyüdüğü bazılarının ise kırılarak küçüldüğü tespit edilmiştir. Öğütme süresi arttıkça etkili olan şiddetli plastik deformasyondan dolayı tozların daha küçük boyutlara sahip olacak şekilde kırıldığı gözlemlenmiştir.

Artan öğütme süresine bağlı olarak öğütülmüş tozların X-ışını kırınım eğrileri incelendiğinde, mekanik ve katı çözeltili kaynaklı kristalit boyut küçülmesine atfedilen görünür tepe genişlemesi ile tepe yoğunluğunda düzenli bir azalmanın meydana geldiği görülmüştür.

n-TiC parçacıklarının EDS haritalama analizi, 10 saatlik öğütme sonrasında n-TiC parçacıklarının yapı içerisinde homojen bir dağılım sergilediğini göstermiştir.

Artan öğütme süresinin, deformasyon sertleştirme mekanizmasını kademeli olarak etkinleştirdiği ve sonuç olarak MMK'lerin sertlik değerlerinde önemli bir oranda artış olduğu tespit edilmiştir. Sertlikteki meydana gelen değişimler, plastik deformasyon etkisine ek olarak n-TiC parçacıklarının matris içerisinde homojen dağılım sergilemesi ve tane boyutunun azalmasına bağlı olarak da meydana gelmiştir.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışma, Emin SALUR'un "Mekanik Alaşımlanmış TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Partikül Takviyeli AA7075 Metal Matrisli Nano Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu" başlıklı doktora tezinden türetilmiştir. Bu çalışmanın yazarları, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimine (Proje Numarası: 20401019) çalışmadaki destekleri için teşekkür eder.

### Çıkar Çatışması

Makale yazarları aralarında herhangi bir çıkar çatışması olmadığını beyan ederler.

### Yazar Katkısı

Yazarlar makaleye eşit oranda katkı sağlamış olduklarını beyan eder.

### KAYNAKLAR

- Aslan A, 2020. Optimization and Analysis of Process Parameters for Flank Wear, Cutting Forces and Vibration in Turning of AISI 5140: A Comprehensive Study. *Measurement*, 107959.
- Aslan A, Güneş A, Salur E, Şahin ÖS, Karadağ HB, Akdemir A, 2018. Mechanical properties and microstructure of composites produced by recycling metal chips. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 25, 9, 1070-9.
- Aslan A, Salur E, Gunes A, Sahin O, Karadag H, Akdemir A, 2019. The mechanical properties of composite materials recycled from waste metallic chips under different pressures. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 16, 9, 5259-66.
- Aslan A, Salur E, Güneş A, Şahin ÖS, Karadağ HB, Akdemir A, 2018. Production and mechanical characterization of prismatic shape machine element by recycling of bronze and cast-iron chips. *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 33, 3, 1013-27.
- Azimi A, Shokuhfar A, Nejadseyfi O, 2015. Mechanically alloyed Al7075–TiC nanocomposite: Powder processing, consolidation and mechanical strength. *Materials & Design*, 66, 137-41.
- Cabeza M, Feijoo I, Merino P, Pena G, Pérez M, Cruz S, Rey P, 2017. Effect of high energy ball milling on the morphology, microstructure and properties of nano-sized TiC particle-reinforced 6005A aluminium alloy matrix composite. *Powder Technology*, 321, 31-43.
- Calignano F, Lorusso M, Pakkanen J, Trevisan F, Ambrosio E, Manfredi D, Fino P, 2017. Investigation of accuracy and dimensional limits of part produced in aluminum alloy by selective laser melting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 88, 1-4, 451-8.
- Canakci A, Ozsahin S, Varol T, 2012. Modeling the influence of a process control agent on the properties of metal matrix composite powders using artificial neural networks. *Powder Technology*, 228, 26-35.
- Canakci A, Varol T, 2014. Microstructure and properties of AA7075/Al–SiC composites fabricated using powder metallurgy and hot pressing. *Powder Technology*, 268, 72-9.
- Canakci A, Varol T, Nazik C, 2012. Effects of amount of methanol on characteristics of mechanically alloyed Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite powders. *Materials Technology*, 27, 4, 320-7.
- Casati R, Wei X, Xia K, Dellasega D, Tuissi A, Villa E, Vedani M, 2014. Mechanical and functional properties of ultrafine grained Al wires reinforced by nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles. *Materials & Design*, 64, 102-9.
- Charkhi A, Kazemian H, Kazemeini M, 2010. Optimized experimental design for natural clinoptilolite zeolite ball milling to produce nano powders. *Powder Technology*, 203, 2, 389-96.
- Chen J, Huang I, 2013. Thermal properties of aluminum–graphite composites by powder metallurgy. *Composites Part B: Engineering*, 44, 1, 698-703.
- Etemadi R, Wang B, Pillai K, Niroumand B, Omrani E, Rohatgi P, 2018. Pressure infiltration processes to synthesize metal matrix composites–A review of metal matrix composites, the technology and process simulation. *Materials and Manufacturing Processes*, 33, 12, 1261-90.

- Ezatzpour H, Parizi MT, Sajjadi SA, Ebrahimi G, Chaichi A, 2016. Microstructure, mechanical analysis and optimal selection of 7075 aluminum alloy based composite reinforced with alumina nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 178, 119-27.
- Fang ZZ, Paramore JD, Sun P, Chandran KR, Zhang Y, Xia Y, Cao F, Koopman M, Free M, 2018. Powder metallurgy of titanium–past, present, and future. *International Materials Reviews*, 63, 7, 407-59.
- He C, Zhao N, Shi C, Liu E, Li J, 2015. Fabrication of nanocarbon composites using in situ chemical vapor deposition and their applications. *Advanced Materials*, 27, 36, 5422-31.
- Hodder K, Izadi H, McDonald A, Gerlich A, 2012. Fabrication of aluminum–alumina metal matrix composites via cold gas dynamic spraying at low pressure followed by friction stir processing. *Materials Science and Engineering: A*, 556, 114-21.
- Jafari M, Abbasi M, Enayati M, Karimzadeh F, 2012. Mechanical properties of nanostructured Al2024–MWCNT composite prepared by optimized mechanical milling and hot pressing methods. *Advanced Powder Technology*, 23, 2, 205-10.
- Jo MC, Choi JH, Yoo J, Lee D, Shin S, Jo I, Lee S-K, Lee S, 2019. Novel dynamic compressive and ballistic properties in 7075-T6 Al-matrix hybrid composite reinforced with SiC and B4C particulates. *Composites Part B: Engineering*, 174, 107041.
- Joshi TC, Prakash U, Dabhade VV, 2015. Microstructural development during hot forging of Al 7075 powder. *Journal of Alloys and Compounds*, 639, 123-30.
- Kumar A, Lal S, Kumar S, 2013. Fabrication and characterization of A359/Al2O3 metal matrix composite using electromagnetic stir casting method. *Journal of Materials Research and Technology*, 2, 3, 250-4.
- Kuntoğlu M, Sağlam H, 2020. Investigation of Signal Behaviors for Sensor Fusion with Tool Condition Monitoring System in Turning. *Measurement*, 108582.
- Li J-J, Hu Y-X, Liu M-C, Kong L-B, Hu Y-M, Han W, Luo Y-C, Kang L, 2016. Mechanical alloying synthesis of Ni3S2 nanoparticles as electrode material for pseudocapacitor with excellent performances. *Journal of Alloys and Compounds*, 656, 138-45.
- Li X, Wen X, Zhao H, Ma Z, Yu L, Li C, Liu C, Guo Q, Liu Y, 2019. The formation and evolution mechanism of amorphous layer surrounding Nb nano-grains in Nb-Al system during mechanical alloying process. *Journal of Alloys and Compounds*, 779, 175-82.
- Liu R, Wu C, Zhang J, Luo G, Shen Q, Zhang L, 2018. Microstructure and mechanical behaviors of the ultrafine grained AA7075/B4C composites synthesized via one-step consolidation. *Journal of Alloys and Compounds*, 748, 737-44.
- Nami H, Halvae A, Adgi H, 2011. Transient liquid phase diffusion bonding of Al/Mg2Si metal matrix composite. *Materials & Design*, 32, 7, 3957-65.
- Ramkumar K, Sivasankaran S, Al-Mufadi FA, Siddharth S, Raghu R, 2019. Investigations on microstructure, mechanical, and tribological behaviour of AA 7075-x wt.% TiC composites for aerospace applications. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 19, 428-38.
- Salur E, Aslan A, Kuntoglu M, Gunes A, Sahin OS, 2019. Experimental study and analysis of machinability characteristics of metal matrix composites during drilling. *Composites Part B: Engineering*, 166, 401-13.
- Sap E, 2020. Microstructural and Mechanical Properties of Cu-Based Co-Mo-Reinforced Composites Produced by the Powder Metallurgy Method. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29, 12, 8461-72.

- Suryanarayana C, 2001. Mechanical alloying and milling. *Progress in materials science*, 46, 1-2, 1-184.
- Toozandehjani M, Matori KA, Ostovan F, Abdul Aziz S, Mamat MS, 2017. Effect of milling time on the microstructure, physical and mechanical properties of Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite synthesized by ball milling and powder metallurgy. *Materials*, 10, 11, 1232.
- Uzun M, Usca UA, 2018. Effect of Cr particulate reinforcements in different ratios on wear performance and mechanical properties of Cu matrix composites. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, 40, 4, 1-9.
- Varol T, Canakci A, 2013. Effect of particle size and ratio of B<sub>4</sub>C reinforcement on properties and morphology of nanocrystalline Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C composite powders. *Powder Technology*, 246, 462-72.
- Varol T, Canakci A, Ozsahin S, 2013. Artificial neural network modeling to effect of reinforcement properties on the physical and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>4</sub>C composites produced by powder metallurgy. *Composites Part B: Engineering*, 54, 224-33.
- Wang H, Li G, Zhao Y, Chen G, 2010. In situ fabrication and microstructure of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles reinforced aluminum matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 527, 12, 2881-5.
- Yang B, Gan G, Yang L, Sun M, Zhang H, Fang ZZ, 2011. Microstructural characterization and wear behavior of in situ TiC/7075 composites synthesized by displacement reactions and spray forming. *Materials Science and Engineering: A*, 528, 18, 5649-55.
- Zebarjad SM, Sajjadi S, 2006. Microstructure evaluation of Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite produced by mechanical alloying method. *Materials & Design*, 27, 8, 684-8.
- Zhao Q, Yu L, Liu Y, Li H, 2015. Morphology and structure evolution of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles in ODS steel powders during mechanical alloying and annealing. *Advanced Powder Technology*, 26, 6, 1578-82.