

La₂O₃ takviyesinin ve mekanik alaşımlamanın basınçsız sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg kompozitlerinin mikroyapısal ve mekanik özelliklerine etkisi

Emre TEKOĞLU^{1,*}, Duygu AĞAOĞULLARI¹, Hasan GÖKÇE²,
M. Lütfi ÖVEÇOĞLU¹

¹Partikül Malzemeler Laboratuvarları, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul Teknik Üniversitesi, 34469 Maslak, İstanbul.

²Prof. Dr. Adnan Tekin Malzeme Bilimleri ve Üretim Teknolojileri Uygulama Araştırma Merkezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 34469 Maslak, İstanbul.

Geliş Tarihi (Received Date): 07.06.2018
Kabul Tarihi (Accepted Date): 18.09.2018

Özet

Bu çalışmanın amacı, alüminyum esaslı metal matris kompozit malzemelerin (AMMK) lantan oksit (La₂O₃) partikülleri ile takviyelendirilmek suretiyle toz metalurjisi yöntemleri kullanılarak sentezlenmesi ve bu kompozitlerin mikroyapısal/mekaniksel özellikler açısından karakterize edilmesidir. Deneysel çalışmalarda, elementel alüminyum (Al), silisyum (Si), bakır (Cu), magnezyum (Mg) ve La₂O₃ tozları, Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) kompozisyonlarını oluşturacak şekilde harmanlanmış ve bu tozlar 4 sa süre boyunca birbirleri ile mekanik alaşımlanmıştır (MA). Takiben, harmanlanmış (0 sa MA) ve mekanik alaşımlanmış (4 sa MA) tozlar 450 MPa basınç altında tek eksenli pres kullanılarak soğuk preslenmiş ve preslenen bünyeler 570°C'de 2 sa süre ile Ar gazı altında basınçsız olarak sinterlenmiştir. Harmanlanmış ve mekanik alaşımlanmış tozların ve sinterlenmiş kompozitlerin karakterizasyonları, X-ışınları difraksiyonu (XRD) ve taramalı elektron mikroskopu/enerji dağılımlı spektroskopi (SEM/EDS) teknikleri ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, sinterlenmiş numunelerin rölatif yoğunlukları He gazı piknometresi ile saptanmıştır. Kompozitlere ait Vickers mikrosertlik değerleri ve aşınma kaybı hacimsel miktarları belirlenmiştir. Deneysel sonuçlara göre, kompozitlere ait mikrosertlik değerleri ve aşınma dirençleri, La₂O₃ miktarının artmasıyla artış göstermiştir. 4 sa alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 5 La₂O₃ kompozit malzemenin, tüm kompozisyonlar içerisinde en yüksek sertliğe (172,24±38 HV) ve en düşük aşınma kaybına (0,115 mm³) sahip olduğu bulunmuştur.

* Emre TEKOĞLU, tekoglu@itu.edu.tr, <http://orcid.org/0000-0003-1219-6226>
Duygu AĞAOĞULLARI, bozkurtd@itu.edu.tr, <http://orcid.org/0000-0002-0623-5586>
Hasan GÖKÇE, gokceh@itu.edu.tr, <http://orcid.org/0000-0003-3672-4919>
M. Lütfi ÖVEÇOĞLU, ovecoglu@itu.edu.tr, <http://orcid.org/0000-0002-1536-4961>

Anahtar kelimeler: Mekanik alaşımlama, alüminyum esaslı metal matris kompozitler, lantan oksit, mikroyapısal/mekanik özellikler

Effect of La_2O_3 reinforcement and mechanical alloying on the microstructural and mechanical properties of pressureless sintered $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Mg}$ composites

Abstract

The aim of this work is to synthesize aluminum based metal matrix composites (AMMCs) by reinforcing with lanthanum oxide (La_2O_3) particles using powder metallurgy route and to characterize them in terms of microstructural/mechanical properties. In the experimental studies, elemental aluminum (Al), silicon (Si), copper (Cu), magnesium (Mg) and La_2O_3 powders were blended in order to constitute powder batches with the compositions of $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Mg}-x$ wt.% La_2O_3 ($x=0.5, 1, 2$ and 5 wt.%) and they were mechanically alloyed (MA'd) for 4 h. Then, the as-blended (MA for 0 h) and MA'd (MA for 4 h) powders were compacted with uniaxial cold press under a pressure of 450 MPa and green bodies were conventionally sintered at 570 °C for 2 h under Ar gas flowing conditions. Characterizations of the as-blended and MA'd powders and sintered composites were conducted using X-ray diffractometry (XRD) and scanning electron microscopy/energy dispersive spectrometry (SEM/EDS) techniques. Also, relative densities of the sintered samples were determined using a He gas pycnometer. Vickers microhardness and wear volume loss values of the sintered samples were measured. The experimental results showed that microhardness values and wear resistances of the sintered samples increased with increasing La_2O_3 content. $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Mg}-5$ wt.% La_2O_3 MA'd for 4 h showed the highest microhardness value (172.24 ± 38 HV) and the lowest wear volume loss value (0.115 mm^3) among the all samples.

Keywords: Mechanical alloying, aluminum based metal matrix composites, lanthanum oxide, microstructural/mechanical properties.

1. Giriş

Alüminyum (Al) esaslı alaşımlar ve kompozit malzemeler, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve sertlik, iyi aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı, otomotiv, havacılık, uzay ve savunma sanayilerinde uygulama alanı bulmaktadırlar [1–4]. Sert seramik partiküller ile takviye edilen Al esaslı kompozit malzemeler, gerek oda sıcaklığında gerekse de yüksek sıcaklıklarda Al-Si alaşımlarına kıyasla daha yüksek sertlik, mukavemet ve aşınma dayanımı gösterirler [5–7]. Bu nedenle, bu tip kompozitler, uzay, havacılık ve otomotiv gibi sanayilerde Al-Si alaşımlara göre daha geniş uygulama alanı bulabilmektedirler [8–10].

Toz metalurjisi yöntemleri (T/M) ve geleneksel döküm yöntemleri ile üretilen Al esaslı kompozitlerde kullanılan sert ve gevrek seramik partiküllere örnek olarak SiC, Al₂O₃, TiB₂, TiC, B₄C, SiO₂ ve WC gibi malzemeler verilebilir [5, 9, 11–13]. Geleneksel döküm yöntemi, Al esaslı alaşım ve kompozit malzemelerin üretiminde en sık başvurulan yöntem olmasına rağmen, takviye partiküllerinin segregasyonu ve takviye partikül ile matris ara yüzeyindeki zayıf tutunma gibi problemlerle sıklıkla karşılaşmaktadır [14]. İlâveten, mikron-altı takviye partiküllerinin sıvı metal içerisinde topaklanması, yüksek sıcaklık prosesinden dolayı takviye partikül ile matris elemanları arasında istenmeyen reaksiyonların ortaya çıkması ve ikincil fazların oluşması geleneksel döküm yöntemlerinde karşılaşılan diğer problemlerdendir [15, 16].

Diğer taraftan, mekanik alaşımlama (MA), harmanlanmış elementel ve/veya bileşik haldeki tozların oda sıcaklığında, kırılma-soğuk kaynaklanma döngüsü içerisinde, homojen ve ince dağılım sergileyen intermetalik, alaşım veya kompozit tozlarına dönüştürüldüğü yüksek enerjili bir öğütme yöntemidir [17, 18]. Geleneksel döküm yöntemleri ile kıyaslandığında, MA'nın oda sıcaklığında gerçekleştirilen bir yöntem olması dolayısıyla, istenmeyen reaksiyonların oluşmasını engelleyerek temiz bir takviye partikül-matris arayüzeyi sağladığı bilinmektedir [19].

Literatürde, Al esaslı metal matris kompozit malzemelerin MA yöntemi ile sentezlenmesi ve sinterlenmesine dayanan birçok çalışma mevcuttur [20–23]. Örnek bir çalışmada, Balcı ve ark. [20], TiB₂ miktarı ve partikül boyutu ile MA süresinin, Al matrise olan etkisini araştırmışlardır ve MA sonrasında sinterlenen kompozitlerin sertlik ve aşınma dayanımlarının TiB₂ miktarı ve MA süresi ile arttığını göstermişlerdir [20]. Bir başka çalışmada, Fogagnolo ve ark. [22], 6061Al-ZrB₂ kompozisyonundaki kompozit malzemeleri, MA ve geleneksel sinterleme yöntemleri ile Al, Zr ve B elementlerinden başlayarak üretmişlerdir [22]. MA'lanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin MA uygulanmadan sinterlenen kompozitlere göre daha yüksek çekme dayanımına ve sertliğe sahip olduklarını göstermişlerdir [22].

Diğer yandan, La₂O₃, metal matris kompozit malzemelerde, takviye malzemesi olarak kullanılmaya aday bir malzemedir. Bir çalışmada, Zhang ve ark. [24], Mo–12Si–8.5B alaşım sistemine, çeşitli miktarlarda La₂O₃ takviye etmişler ve söz konusu takviye malzemesinin eğme mukavemeti ve sertlik gibi mekanik özelliklere olan olumlu etkisini ortaya koymuşlardır. Dahası, La₂O₃ içeren Mo–12Si–8.5B alaşımlarının, La₂O₃ içermeyen alaşımlara göre daha ince taneli ve daha homojen mikroyapı sağladığını da göstermişlerdir [24].

Bu çalışmada, Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) kompozisyonundaki kompozitler Al, Si, Cu, Mg ve La₂O₃ ticari tozlarının harmanlanması ve 4 sa mekanik alaşımlanması ve sonrasında geleneksel olarak sinterlenmesi sonucu elde edilmişlerdir. La₂O₃ miktarı ve MA'nın kompozitlerin mikroyapısal, fiziksel ve bazı mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır.

2. Deneysel çalışmalar

Başlangıç tozları olarak, elementel Al (Alfa Aesar™, safiyet: % 99,5, ortalama partikül boyutu: 12 µm), Si (Alfa Aesar™, safiyet: % 99,99, partikül boyutu < 20 µm), Cu (Alfa Aesar™, safiyet: % 99,5, ortalama partikül boyutu: 20 µm) ve Mg (Alfa Aesar™,

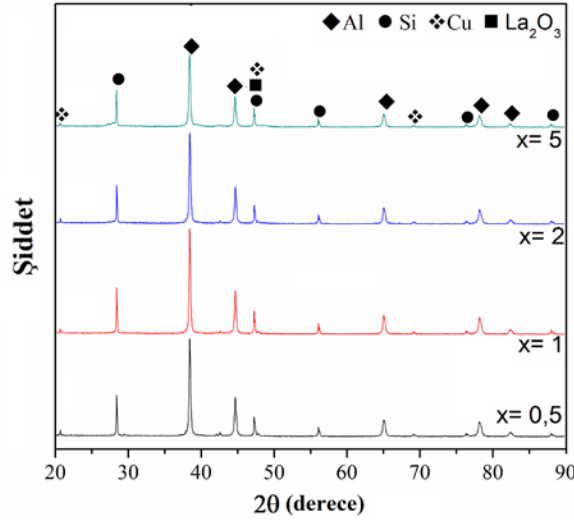
safiyet: % 99,8, ortalama partikül boyutu: 60 µm) kullanılmıştır. La₂O₃ tozları ise (Alfa Aesar™, safiyet: % 99, partikül boyutu ≤ 44 µm), takviye elemanı olarak Al-Si-Cu-Mg esaslı matris içerisine katılmışlardır. Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ kompozisyonundaki tozlar (x=ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5), harman (0 sa öğütme) olarak hazırlanmalarının yanısıra, 4 sa süre ile mekanik alaşımlanmışlardır (MA). Tekoğlu ve ark. [23, 25] tarafından Al-Si esaslı MMK'ların MA yöntemi ve basınçsız sinterleme ile üretimi üzerine daha önce yapılmış olan çalışmalardan elde edilen veriler sonucunda, 4 saatten daha düşük MA sürelerinde sünek Al partiküllerinin birbirleri ile kaynaklanarak yapraksı bir mikroyapıya dönüştüğü ve 4 saatten daha yüksek MA sürelerinde ise boyutu düşürülmüş partiküllerin yüzeylerinin topaklanma eğilimi gösterdiği anlaşılmıştır. Dolayısıyla, bu çalışma için, 4 sa ideal MA süresi olarak belirlenmiştir. MA prosesi, Spex™ 8000D karıştırıcı/öğütücü cihazında 1200 devir/dk hızında, sertleştirilmiş çelik bilya ve öğütme kabı kullanılarak 7/1 bilya/toz oranında gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, MA sırasında tozlarda topaklanmayı ve aşırı soğuk kaynaklanmayı önlemek için, tozlara ağ.% 2 miktarında stearik asit (CH₃(CH₂)₁₆COOH) proses kontrol ajanı olarak katılmıştır. Öğütme kapları, tozlarda oluşacak muhtemel oksidasyondan korunmak amacı ile Ar gazı (Linde™, safiyet: % 99,999) altında çalıştırılan Plaslabs™ kapalı ortam kutusunda kapatılmıştır. Tozlar, MA sonrasında yine kapalı ortam kutusunda açılmıştır.

Harmanlanmış ve MA'lanmış tozlar 10 ton kapasiteli MSE™ tek eksenli hidrolik pres cihazında, 450 MPa basınç altında, 12 mm çapındaki silindirik kalıp içerisinde preslenmiştir. Laboratuvarlarımızda Al-Si esaslı MMK'lar üzerine yapılan çalışmalar, tek eksenli pres ile uygulanan 450 MPa değerindeki basıncın, numunelerin yoğunlaşma miktarlarına önemli derecede katkı sağladığını ve sinter sonrası yapı bozukluklarına neden olmadan ideal numuneler elde etmeye uygun olduğunu göstermiştir [23, 25]. Numunelerin bünyesinden stearik asidi uzaklaştırmak için gerçekleştirilen bağlayıcı giderme ısıl işlemi, Ar atmosferinde, 2°C/dk ısıtma ve soğutma hızında, 420°C'de 1 sa süre ile gerçekleştirilmiştir. Sonrasında, numuneler, Linn™ HT-1800 kontrollü atmosfer yüksek sıcaklık fırını içerisinde, yine Ar atmosferinde, 5°C/dk ısıtma ve soğutma hızında, 570°C'de 2 sa süre ile sinterlenmiştir.

Tozlara ve sinterlenen numunelere ait mikroyapı karakterizasyonları, Jeol™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu/enerji dağılımlı spektroskopi (SEM/EDS) ve Bruker™ Advanced Series X-ışınları difraktometre (XRD, CuK_α radyasyonu) cihazları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Tozlara ait ortalama kristalit boyutu ve kafes deformasyonu değerleri Bruker-AXS™ TOPAS V3.0 yazılımı ile hesaplanmıştır. Sinterleme sıcaklığı, TA™ Instruments SDT Q600 diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) cihazında yapılan deneyler neticesinde belirlenmiştir. Sinterlenme sonrasında, kompozitlere ait yoğunluk değerleri Micromeritics™ AccuPycII 1340 He gazı piknometresinde ölçülmüştür. Sinter ürünlere ait mikrosertlik değerleri ise, Shimadzu™ Vickers mikrosertlik test cihazında 10 s süre ile 100 g yük altında elde edilen izlerin köşegen boyutlarının ölçülmesi sonucu elde edilmiştir. Sertlik değerleri, her bir sinter numune için 20 farklı izden yapılan ölçümlerin ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Aşınma testleri ise, Tribotechnic™ Oscillating Tribotester cihazında, 3 N yük altında, 10 mm/s hızında ve 5 mm aşınma izi parametreleri kullanılarak gerçekleştirilmiş ve toplam 25.000 mm aşınma mesafesine ulaşıncaya kadar sürdürülmüştür. Aşınma testleri sırasında ise abrasif bilya olarak 6 mm çapındaki 100Cr6 sertleştirilmiş çelik bilya kullanılmıştır.

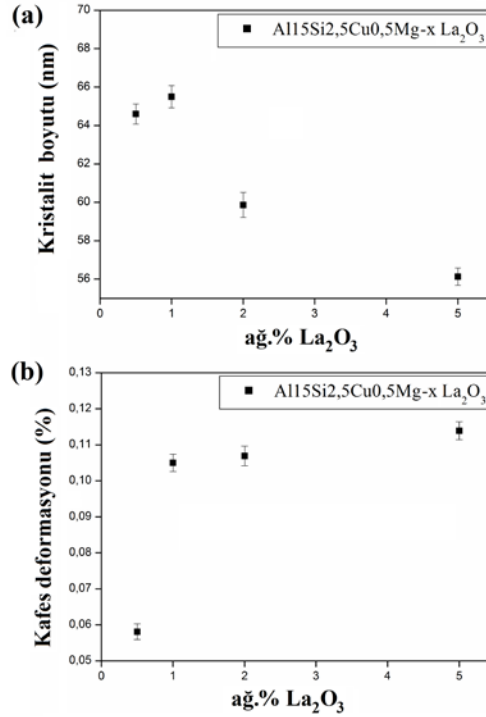
3. Bulgular ve tartışma

Mekanik alaşımlanmış numunelerdeki mevcut fazların tespit edilmesi amacıyla XRD deneyleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 1’de 4 sa MA’lanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La_2O_3$ (x =ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) numunelerinin XRD paternleri verilmiştir. Şekil 1’deki XRD paternleri incelendiğinde Al (ICDD kart no: 01-072-3440), Si (ICDD kart no: 00-027-1402), Cu (ICDD kart no: 01-035-1326) ve La_2O_3 (ICDD kart no: 00-022-0641) dışında herhangi bir faz olmadığı görülmektedir. Şekil 1’de, Mg fazına ait XRD pikleri tespit edilememiştir. Bunun sebebi olarak, Mg’nin toz bünyesindeki miktarının az olması (difraktometrenin analiz limiti ağ.% 1 ve üzerindedir) ve/veya Mg’nin en yüksek şiddete sahip pikinin yaklaşık $38^\circ 2\theta$ değerindeki Al piki ile örtüşmesi gösterilebilir. XRD analizleri, öğütme işlemi sırasında başlangıç tozları arasında herhangi bir tepkime meydana gelmediğini ve dolayısı ile sistemde ek bir faz oluşmadığını göstermektedir. Kompozit tozlarda La_2O_3 miktarının artması ile Al fazına ait pik yüksekliklerinde bir miktar azalma meydana geldiği ve piklerin genişlediği gözlemlenmiştir. Bu durum, ağ.% 2 ve 5 La_2O_3 içeren tozlarda daha belirgin olarak görülmektedir. Sert La_2O_3 partiküllerinin miktarı arttıkça, öğütme esnasında $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ tozları ile birim zamandaki çarpışma sayısı artmıştır, bu takviye partikülleri plastik deformasyona daha fazla katkıda bulunmaya başlamışlardır ve bu deformasyon etkisi sünek Al partikülleri tarafından daha fazla açığa çıkmıştır.



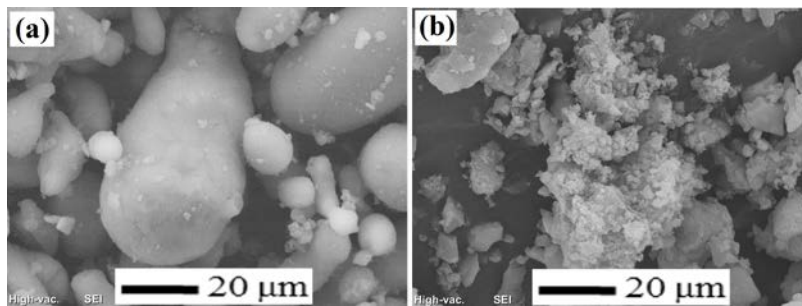
Şekil 1. 4 sa mekanik alaşımlanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La_2O_3$ (x =ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) tozlarına ait XRD paternleri.

Şekil 2(a) ve (b)’de 4 sa MA’lanmış $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La_2O_3$ (x =ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) tozlarındaki ana matris malzemesi olan alüminyumun artan La_2O_3 miktarı ile değişen ortalama kristalit boyutu ve ortalama kafes deformasyonu değerleri verilmektedir. Şekil 2(a) ve (b)’de, $Al_{15}Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg$ toz numunelerde La_2O_3 miktarının artması ile kristalit boyutunun ağ.% 1 La_2O_3 miktarından sonra azaldığı ve kafes gerilmelerinin de arttığı açıkça görülmektedir. Bu durum, sünek-gevrek partiküllerin uzun MA süresi boyunca birbirleri ile sürekli etkileşimi ve sert/gevrek La_2O_3 partiküllerinin sünek matris içerisinde yarattığı aşındırma etkisi sonucu oluşmuştur.



Şekil 2. 4 sa mekanik alaşımlanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) tozlarındaki Al fazına ait: (a) ortalama kristalit boyutu ve (b) ortalama kafes deformasyonu değerleri.

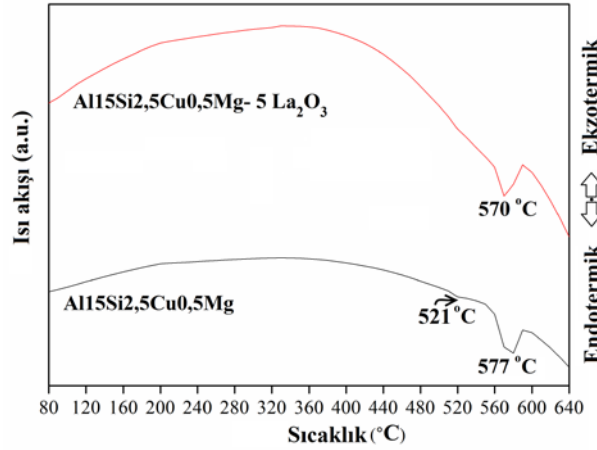
Şekil 3(a)'da harmanlanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 5 La₂O₃ tozuna ait SEM görüntüsü verilmektedir. Partiküller mikroyapı içerisinde ayrı ayrı seçilebilmekte ve farklı partikül boyutlarındaki hammaddeler heterojen bir görüntü oluşturmaktadır. Diğer taraftan, söz konusu tozlar 4 sa MA prosesinden sonra iç içe girmiş ve ayrı ayrı saptanması zor daha homojen bir yapıya dönüşmüştür (Şekil 3(b)). Diğer bir önemli nokta ise, harman tozlara kıyasla, 4 sa MA'lanan tozların partikül boyutlarındaki gözle görülür düşüştür. 4 sa MA sonrasında tozlar, öğütme kabı-partiküller-öğütücü bilyalar arasındaki sürekli çarpışmalar neticesinde yaratılan mekanik etki ve darbe ile daha ince bir partikül boyut dağılımına sahip hale gelmiştir.



Şekil 3. Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 5 La₂O₃ tozuna ait SEM görüntüleri (a) harman (0 sa MA) ve (b) 4 sa MA.

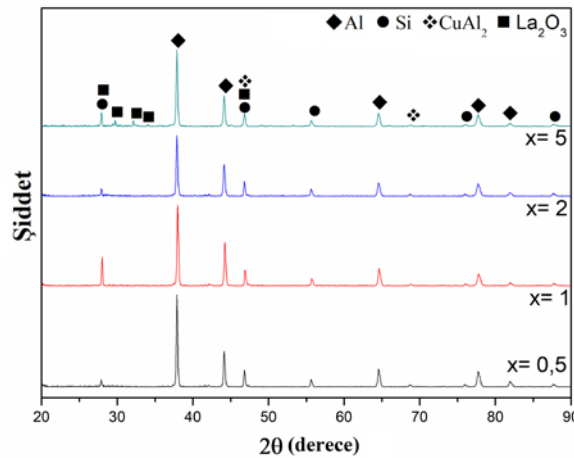
Şekil 4'de 4 saat MA'lanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matris alaşım tozuna ve Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 5 La₂O₃ tozuna ait DSC eğrileri görülmektedir. Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg matris alaşım tozuna ait DSC eğrisinde, birinci endotermik pik 521 °C'de, ikinci endotermik pik ise yaklaşık 577 °C'de teşekkül etmiştir. 577 °C'de teşekkül eden pik,

ötektik Al-Si bileşiminin ergime sıcaklığıdır, 521 °C'deki pik ise Al₂Cu fazının ergime sıcaklığıdır. Matris alaşımına eklenen ağırlık % 5 La₂O₃'ün, ötektik pik sıcaklığında bir miktar azalma (~ 7 °C kadar) sağladığı görülmektedir. İlave olarak, takviye malzemeleri ile matris alaşımı arasında, sinterleme esnasında başka herhangi bir tepkimenin olmadığı DSC piklerinden anlaşılmaktadır. Buradan hareketle, 570°C'de gerçekleştirilmesi kararlaştırılan sinterleme prosesinin sıvı faz sinterleme mekanizması şeklinde teşekkül edeceği anlaşılmıştır.



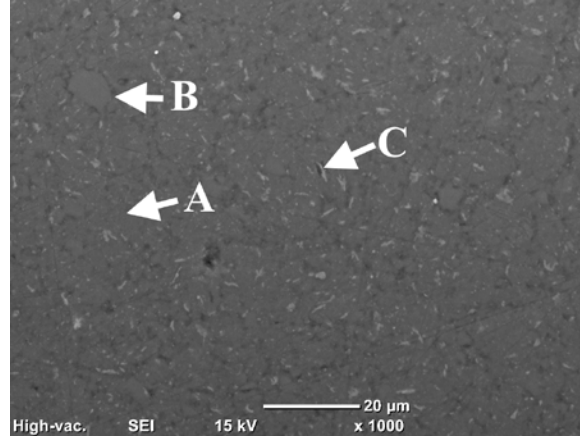
Şekil 4. 4 sa mekanik alaşımlanmış Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg ve Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağırlık % 5 La₂O₃ tozlarına ait DSC eğrileri.

Şekil 5'de 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağırlık % 0,5, 1, 2 ve 5) numunelerine ait XRD paternleri görülmektedir. Beklendiği üzere, sinterlenmiş numunelere yapılan X-ışınları analizi sonrası elde edilen difraksiyon paternlerinde La₂O₃ pik yükseklikleri, artan La₂O₃ miktarı ile birlikte artmıştır: bu durum en belirgin olarak Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağırlık % 5 La₂O₃ numunesi için geçerlidir. Ayrıca, sinterlenmiş ve La₂O₃ takviyeli Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg numunelerinde Al, Si ve La₂O₃ fazlarının yanı sıra Al₂Cu (ICDD kart no: 01-071-5027) fazı da görülmüştür. Şekil 4'deki DSC pikleri ile uyumlu olarak, sinterleme esnasında sıcaklığın etkisi ile birlikte Al ve Cu arasında reaksiyon meydana gelmiştir.



Şekil 5. 4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağırlık % 0,5, 1, 2 ve 5) kompozitlerinin XRD paternleri.

Şekil 6’da, 4 sa MA’lanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ -ağ.% 5 La_2O_3 kompozit malzemesine ait SEM görüntüsü temsili olarak verilmektedir. Ayrıca, Şekil 6 üzerinde A, B ve C olarak işaretlenmiş noktalara ait EDS verileri Tablo 1’de listelenmiştir. Koyu gri bölgeler alüminyumca zengin faz bölgelerini temsil ederken (A), açık gri bölgeler silisyumca zengin faz bölgelerini (B) temsil etmektedir. Temsili SEM görüntüsünden, Si fazının Al matris içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı anlaşılmaktadır. C ile işaretlenmiş bölgede ise Al, Si ve diğer EDS bölgelerine kıyasla (A, B) daha yüksek Cu elementi görülmektedir. Dolayısı ile C bölgesinin Al_2Cu faz bölgesini işaret ettiği düşünülmektedir.

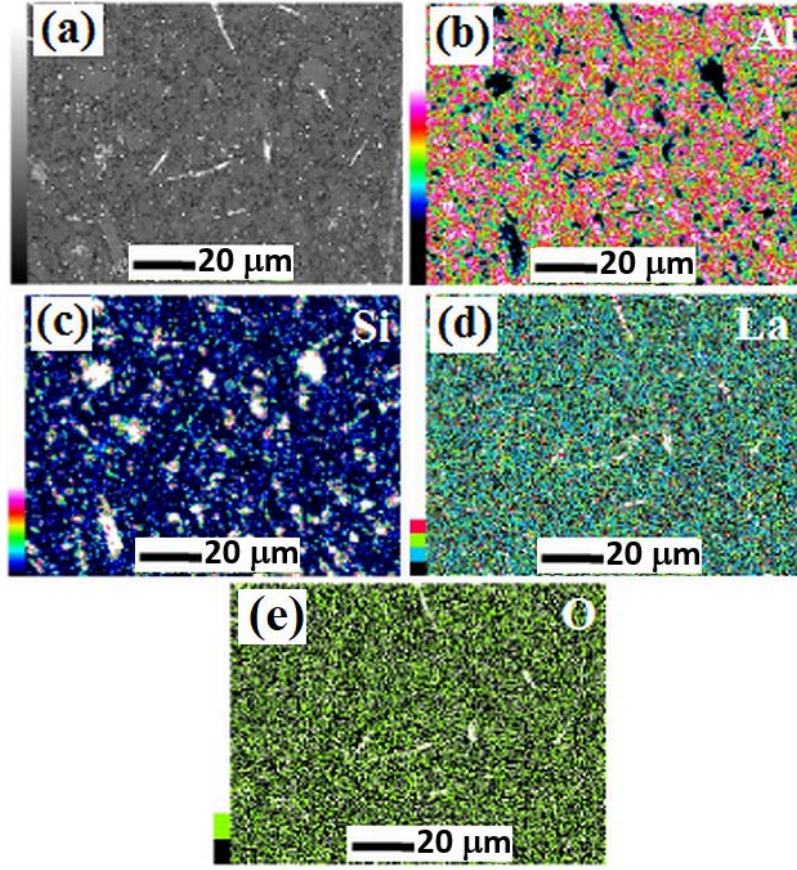


Şekil 6. 4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ -ağ.% 5 La_2O_3 kompozitine ait SEM görüntüsü.

Tablo 1. 4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ -ağ.% 5 La_2O_3 kompozitine ait noktasal EDS analiz sonuçları.

	Al (ağ.%)	Si (ağ.%)	Cu (ağ.%)
A	81.13	13.94	1.26
B	22.54	76.48	0.87
C	32.03	1.95	66.02

Şekil 7(a)-(e)’de ise 4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_{15}\text{Si}_{2,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Mg}$ -ağ.% 5 La_2O_3 kompozit malzemesine ait SEM görüntüsü ve EDS elementel haritalama görüntüleri görülmektedir. Alüminyuma ait EDS haritalamasında bulunan boşlukların (Şekil 7(b)), silisyum tarafından doldurulduğu (Şekil 7(c)) açıkça anlaşılmaktadır. Şekil 7(a)’da görülen küresel beyaz bölgelerin ise, Şekil 7(d) ve (e)’deki elementel haritalamalardan La_2O_3 fazı açısından zengin olduğu görülmektedir. Genel olarak, Şekil 7, mikroyapının homojen bir dağılım gösterdiğini ve faz kümelenmelerinin meydana gelmediğini göstermiştir.



Şekil 7. 4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 5 La₂O₃ kompozitine ait (a) SEM görüntüsü ve (b)-(e) EDS haritalama görüntüleri.

Tablo 2’de 0 sa (MA’lanmamış)/4 sa MA’lanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağ.% 0,5 1, 2 ve 5) kompozitlerine ait yoğunluk ve sertlik değerleri görülmektedir. Kompozitlerin göreceli yoğunluk değerleri, hem MA uygulanmış hem de MA uygulanmamış numunelerde La₂O₃ takviye miktarının artması ile azalmıştır. Diğer taraftan ise, La₂O₃ miktarının artması ile kompozit malzemelerin sertlik değerlerinin önemli derecede artmakta olduğu görülmektedir. En yüksek göreceli yoğunluk değeri Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 0,5 La₂O₃ numunesine, en yüksek sertlik değeri ise Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağ.% 5 La₂O₃ numunesine aittir. Beklendiği üzere, sert ve gevrek La₂O₃’ün kompozitlerdeki miktarının artması ile dislokasyon hareketleri kısıtlanmış ve sertlik değerlerinde artış görülmüştür. Bunun tersi olarak, La₂O₃ ile sünek matris arasındaki zayıf bağlanma yoğunlaşmanın tam olarak sağlanamamasına neden olmuştur. Ek olarak, Tablo 2’de görüldüğü üzere, 4 sa MA’lanmış ve sinterlenmiş numunelerin sertliği, MA’lanmamış ve sinterlenmiş numunelerin sertliklerinden oldukça yüksektir. Bilindiği üzere, sert ve gevrek seramik takviyeler, MMK’ların mikroyapısında ince ve homojen bir şekilde dağıldığında, dislokasyon hareketlerini veya çatlak ilerleyişini efektif bir şekilde engellemekte ve buna bağlı olarak bazı mekanik özellikleri önemli derecede arttırmaktadır [23, 25]. Bu bağlamda, MA’lanmamış ve sinterlenmiş numunelerin sertliğinin, 4 sa MA’lanmış ve sinterlenmiş numunelerinkinden düşük olmasının sebebi, MA etkisi ile, söz konusu La₂O₃ partiküllerinin matris içerisinde ince ve homojen olarak dağılmış olmasıdır.

Tablo 2. 0 sa (MA'lanmamış)/4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al15Si2,5Cu0,5Mg-x La₂O₃ (x=ağ.% 0,5, 1, 2 ve 5) kompozitlerine ait yoğunluk ve sertlik değerleri.

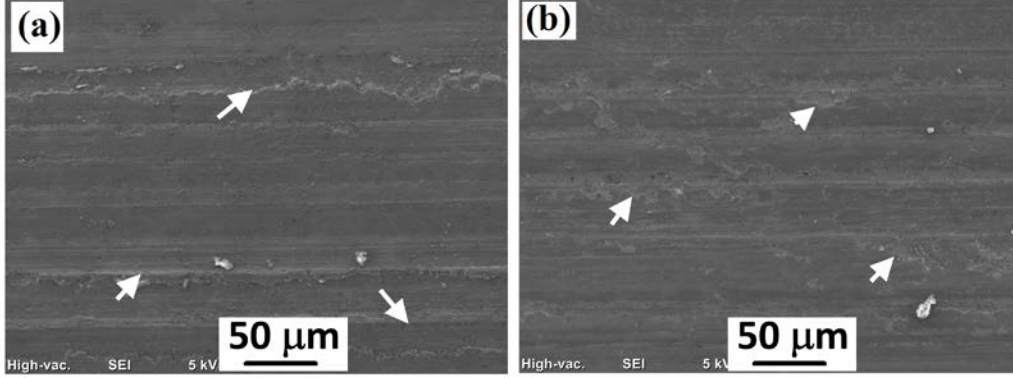
Numune	MA süresi	Teorik yoğunluk (g/cm ³)	Piknometre yoğunluğu (g/cm ³)	Rölatif yoğunluk (%)	Vickers sertliği (HV)
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 0,5 La ₂ O ₃	0 sa	2,81	2,52	89,68	63,34±16
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 1 La ₂ O ₃		2,82	2,47	87,57	73,14±8
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 2 La ₂ O ₃		2,84	2,45	86,18	75,53±32
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 5 La ₂ O ₃		2,91	2,33	79,91	84,75±11
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 0,5 La ₂ O ₃	4 sa	2,81	2,74	97,59	134,60±25
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 1 La ₂ O ₃		2,82	2,65	93,95	139,72±38
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 2 La ₂ O ₃		2,84	2,61	91,87	142,73±20
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 5 La ₂ O ₃		2,91	2,44	83,70	172,24±38

Tablo 3, sırasıyla 0 sa (MA'lanmamış)/4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş ağ.% 0,5 ve 5 La₂O₃ takviyeli Al15Si2,5Cu0,5Mg kompozitlerine ait aşınmaya bağlı hacim kaybı miktarlarını göstermektedir. Tablo 3'de, La₂O₃ miktarının ağ.% 0,5'den ağ.% 5'e artması ile abrasif aşınmaya karşı direncin arttığı, kompozitlerin aşınma kaybının 0,230 mm³ değerinden 0,115 mm³ değerine düştüğü, yani aşınma dayanımlarının tam olarak 2 katına çıktığı görülmektedir. Diğer taraftan, 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş numunelerin aşınmaya bağlı hacim kaybı miktarları, MA'lanmamış ve sinterlenmiş numunelerinkinden fark edilir derecede düşüktür. Sertlik sonuçlarında gözlemlendiği gibi, 4 sa MA'nın sinterlenmiş kompozitlerin aşınma dirençlerine olumlu etkisi yine sert ve gevrek La₂O₃ partiküllerinin abrasif aşınma sırasında, aşındırıcı topun yarattığı dislokasyon hareketlerine ve dolayısı ile plastik deformasyona karşı yarattığı dirençten ileri gelmektedir.

Tablo 3. 0 sa (MA'lanmamış)/4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş ağ.% 0,5 ve 5 La₂O₃ takviyeli Al15Si2,5Cu0,5Mg kompozitlerine ait aşınmaya bağlı hacim kaybı miktarları.

Numune	MA süresi	Aşınmaya bağlı hacim kaybı miktarı (mm ³) (3 N)
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 0,5 La ₂ O ₃	0 sa	0,917
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 5 La ₂ O ₃		0,672
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 0,5 La ₂ O ₃	4 sa	0,230
Al15Si2,5Cu0,5Mg-ağ.% 5 La ₂ O ₃		0,115

Şekil 8(a) ve (b)'de, 4 sa MA'lanmış ve sinterlenmiş, ağı.% 0,5 ve 5 La₂O₃ takviyeli Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg kompozitlerinin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri verilmiştir. Kompozitlere ait aşınma yüzeylerine bakıldığında, ağı.% 0,5 La₂O₃ içeren kompozitin aşınma yüzeylerinde daha derin aşınma olukları olduğu görülmekte ve bu durum Tablo 3'te gösterilen aşınma kayıp miktarları ile paralellik göstermektedir.



Şekil 8. 4 sa mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş kompozitlerin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri: (a) Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağı.% 0,5 La₂O₃ ve (b) Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağı.% 5 La₂O₃.

Sonuç olarak, Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağı.% 0,5, 1, 2 ve 5) kompozisyonundaki alaşımlar toz metalurjisi prosesleri kullanılarak üretilmiştir. Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg alaşımına katılan La₂O₃ takviyesinin ve uygulanan MA prosesinin, kristalit boyutu, yoğunluk, sertlik ve aşınma direnci gibi özelliklere katkı sağladığı anlaşılmıştır. Bu çalışma, basınçsız sinterleme gibi geleneksel bir sinterleme yöntemi kullanıldığında bile, matris içerisine yapılan oksit katkısı ve sinterleme öncesinde uygulanan öğütme prosesi ile malzemelerin mikroyapısal ve mekaniksel olarak geliştirilmesinin mümkün olduğunu göstermekte ve farklı kompozisyonlardaki malzemeler için yol gösterici olmaktadır.

4. Sonuçlar

Bu çalışmada, elementel Al, Si, Cu, Mg ve La₂O₃ tozlarından hareketle mekanik alaşımlama, soğuk presleme ve basınçsız sinterleme yöntemleri kullanılarak Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-x La₂O₃ (x=ağı.% 0,5, 1, 2 ve 5) kompozitleri üretilmiştir. Başlangıç tozlarına uygulanan 4 saatlik mekanik alaşımlama prosesinin tozlarda partikül boyutunu düşürerek daha homojen bir mikroyapı sağladığı görülmüştür. Bununla birlikte, artan La₂O₃ miktarının da, ana matris fazı olan alüminyuma ait kristalit boyutunu azalttığı ve kafes deformasyonunu arttırdığı anlaşılmıştır. Kompozitlere ait mikrosertlik değerleri ve aşınma dirençleri de, La₂O₃ miktarının artmasıyla artış göstermiştir. 4 sa alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg-ağı.% 5 La₂O₃ kompozit malzemesinin 172,24±38 HV sertlik değeri ve 0,115 mm³ aşınma kaybı değeri ile en ideal numune olduğu bulunmuştur. Ayrıca, MA uygulanmamış numunelere ait yoğunluk, sertlik ve aşınma direnci değerleri, MA uygulanmış numuneler ile karşılaştırılmış ve MA'nın mekanik özelliklere önemli derecede katkı sağladığı sonucuna varılmıştır.

Kaynaklar

- [1] Totten, G.E. ve Mackenzie, D.S., **Handbook of Aluminum Volume 2 - Alloy Production And Materials Manufacturing**, Taylor&Francis, (2003).
- [2] Milligan, J., Vintila, R. ve Brochu, M., Nanocrystalline eutectic Al-Si alloy produced by cryomilling, **Materials Science and Engineering: A**, 508, 43–49, (2009).
- [3] Fan, Z., Fang, X. ve Ji, S., Microstructure and mechanical properties of rheo-diecast (RDC) aluminium alloys. **Materials Science and Engineering: A**, 412, 298–306, (2005).
- [4] Kang, N., Coddet, P., Liao, H., Baur, L. ve Coddet, C., Wear behavior and microstructure of hypereutectic Al-Si alloys prepared by selective laser melting, **Applied Surface Science**, 378, 142-149, (2016).
- [5] Pramod, S.L., Bakshi, S.R. ve Murty, B.S., Aluminum-Based Cast In Situ Composites: A Review, **Journal of Materials Engineering Performance**, 2185–2207, (2015).
- [6] Yigezu, B.S., Jha, P.K. ve Mahapatra, M.M., The key attributes of synthesizing ceramic particulate reinforced Al-based matrix composites through stir casting process: A review, **Materials Manufacturing Processes**, 969–979, (2013).
- [7] Wang, Z, Prashanth, K.G., Chaubey, A.K., Löber, L., Schimansky, F.P., Pyczak, F., Zhang, W.W., Sucdino, S. ve Eckert, J., Tensile properties of Al-12Si matrix composites reinforced with Ti-Al-based particles, **Journal of Alloys and Compounds**, 630, 256–259, (2015).
- [8] Chawla, K.K., ve Chawla, N., **Metal-Matrix Composites**, Springer, 1–25, (2006).
- [9] Wang, Z., Tan, J., Scudino, S., Sun, B.A., Qu, B.T., He, J., Prasanth, K.G., Zhang, W.W., Li, Y.Y. ve Eckert, J., Mechanical behavior of Al-based matrix composites reinforced with Mg58Cu28.5Gd11Ag2.5 metallic glasses, **Advanced Powder Technology**, 25, 2, 635-639, (2014).
- [10] Ibrahim, I.A., Mohamed, F.A. ve Lavernia, E.J., Particulate reinforced metal matrix composites - a review. **Journal of Materials Science**, 1137-1156, (1991).
- [11] Maiti R, Chakraborty M. Synthesis and characterization of molybdenum aluminide nanoparticles reinforced aluminium matrix composites, **Journal of Alloys and Compounds**, 458, 450–456, (2008).
- [12] Song MS, Zhang MX, Zhang SG, et al. In situ fabrication of TiC particulates locally reinforced aluminum matrix composites by self-propagating reaction during casting, **Materials Science and Engineering: A**, 473, 166–171, (2008).
- [13] Wang, J., Yi, D., Su, X., Yin, F. ve Li, H., Properties of submicron AlN particulate reinforced aluminum matrix composite, **Materials & Design**, 30, 78–81 (2009).
- [14] Rui-song, J., Wen-hu, W., Guo-dong, S. ve Zeng-qiang, W., Experimental investigation on machinability of in situ formed TiB₂ particles reinforced Al MMCs, **Journal of Manufacturing Processes**, 23, 249–257, (2016).
- [15] Karbalaee Akbari, M., Baharvandi, H.R. ve Mirzaee, O., Fabrication of nano-sized Al₂O₃ reinforced casting aluminum composite focusing on preparation process of reinforcement powders and evaluation of its properties, **Composites Part B: Engineering**, 55, 426-432, (2013).
- [16] Hu, Q., Zhao, H. ve Li, F., Microstructures and properties of SiC particles reinforced aluminum-matrix composites fabricated by vacuum-assisted high

- pressure die casting, **Materials Science and Engineering: A**, 680, 270–277, (2017).
- [17] Suryanarayana, C., Mechanical alloying and milling, **Progress in Materials Science**, 46, 1-184, (2001).
- [18] Suryanarayana, C., Synthesis of nanocomposites by mechanical alloying, **Journal of Alloys and Compounds**, 509, s229-s234, (2011).
- [19] Benjamin, J.S., Mechanical alloying - A perspective, **Metal Powder Report**, 45, 122–127, (1990).
- [20] Balcı, Ö., Ağaoğulları, D., Gökçe, H., Duman, İ. ve Öveçoğlu M.L., Influence of TiB₂ particle size on the microstructure and properties of Al matrix composites prepared via mechanical alloying and pressureless sintering, **Journal of Alloys and Compounds**, 586, s78–s84, (2014).
- [21] Sadeghian Z, Lotfi B, Enayati MH, et al. Microstructural and mechanical evaluation of Al-TiB₂ nanostructured composite fabricated by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, 509, 7758–7763, (2011).
- [22] Fogagnolo, J.B., Robert, M.H., Ruiz-Navas, E.M. ve Torralba, J.M., 6061 Al reinforced with zirconium diboride particles processed by conventional powder metallurgy and mechanical alloying, **Journal of Materials Science**, 39, 127–132, (2004).
- [23] Tekoğlu, E., Ağaoğulları, D., Mertdinç, S. ve Öveçoğlu M.L., Effects of reinforcement content and sequential milling on the microstructural and mechanical properties of TiB₂ particulate-reinforced eutectic Al-12.6 wt% Si composites, **Journal of Materials Science**, 53, 2537–2552, (2018).
- [24] Guo-Jun, Z., Qian, D., Hao, K., Rui-Hong, W., Liu, G. ve Jun, S., Microstructure and mechanical properties of lanthanum oxide-doped Mo-12Si-8.5B(at%) alloys, **Journal of Alloys and Compounds**, 577, s493-s498, (2013).
- [25] Tekoğlu, E., Ağaoğulları, D., Mertdinç, S., Paksoy, A.H. ve Öveçoğlu M.L., Microstructural characterizations and mechanical properties of NbB₂ and VB particulate-reinforced eutectic Al-12.6 wt% Si composites via powder metallurgy method, **Advanced Powder Technology**, 29, 2070-2081, (2018).