

S. O. Yilmaz, T. Teker, S. Aydin

# Structural analysis of Cu-based FeCr reinforced composites prepared by mechanical alloying

## Gefügeanalyse von Cu-basierten und FeCr-verstärkten Verbundwerkstoffen hergestellt durch mechanisches Legieren

*Received: 14.11.2022*

*Accepted: 16.03.2023*

*Eingegangen: 14.11.2022*

*Angenommen: 16.03.2023*

*Übersetzung: Vera Müller*

### Abstract

Production and structural investigations of Cu-based FeCr reinforced composite were performed by using mechanical alloying, optical microscope, scanning electron microscope, X-ray diffraction and hardness test. The increment in FeCr addition caused the increment in the cold deformation rate. This situation resulted in breakage of the powder particles throughout mechanical alloying.

Thus, the grain dimension of the FeCr powders decreased and the Fe wt.% in the CuCr powders advanced. The collision force be-

### Kurzfassung

Für die Herstellung und Gefügeuntersuchungen eines Cu-basierten und FeCr-verstärkten Verbundwerkstoffs wurden mechanisches Legieren, Lichtmikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie, Röntgenbeugung und Härteprüfungen eingesetzt. Eine Erhöhung der FeCr-Zugabe führte zu einem Anstieg des Kaltverformungsgrads, was wiederum das Aufbrechen der Pulverpartikel während des mechanischen Legierens zur Folge hatte.

Somit nahm die Korngröße der FeCr-Partikel ab und der Gewichtsanteil an Fe in den CuCr-Pulvern stieg an. Die Stoßkräfte zwischen dem

### Authors:

**Serdar Osman Yilmaz** Tekirdağ Namık Kemal University, Faculty of Engineering, Department of Mechanical Engineering, 59160, Çorlu, Tekirdağ, Turkey  
**Tanju Teker, Sinan Aydin** Sivas Cumhuriyet University, Faculty of Technology, Department of Manufacturing Engineering, 58140, Sivas, Turkey; E-Mail: tanjuteker@cumhuriyet.edu.tr

tween the Cu-Cr powder and the grinding ball weakened with the increase of FeCr concentration and resulted as higher reinforcement size. After mechanical milling, FeCr grains decreased in size more than copper grains due to the ductility of copper grains. The smaller crystals occurred after grinding, and increased the grain boundary zone for further spread of Cr into the Cu. Despite the high sintering process, the high sintering temperature improved the compactness of the alloys, but caused coarsening of the nanoparticles. The mechanical alloying time, reinforcement wt.% and sinter temperature were effective on the microhardness of the microstructure.

**Keywords:** *Mechanical alloying, Cu, FeCr, morphology, hardness*

## 1 Introduction

Cu-Cr materials are utilized in electronic and electrical designs because they have good mechanical and electrical properties. Since Cr can dissolve in Cu in a certain amount, Cu-Cr alloys with good characteristics can be produced when small chromium particles are existing in the copper structure, while undissolved Cr particles can cause low performance [1–3]. The Cu-Cr alloy displays a restricted resolution at equilibrium in the phase diagram. Mechanical alloying (MA) is a powder particle production style in powerful ball grinders. MA extends the melting range of immiscible binary systems. It can be used to manufacture materials that are impossible or difficult to fabricate with casting methods [4–6]. MA is the grinding of powders with homogeneous composition without the need for material transfer for homogenization. This method can be used to generate nano-crystalline pure materials [7, 8]. Cu-Cr alloys have been produced by different techniques such as powder metallurgy, elevated heat synthesis technology

CuCr-Pulver und des Mahlkörpers nahm mit dem Anstieg der FeCr-Konzentration ab und führte zu einer Vergrößerung der Verstärkungspartikel. Aufgrund der Duktilität der Kupferkörner nahm deren Größe durch das mechanische Mahlen weniger stark ab als die Größe der FeCr-Körner. Nach dem Mahlvorgang waren kleinere Kristalle und größere Korngrenzbereiche zu beobachten, sodass sich Cr weiter in Cu verteilen konnte. Zwar wurde durch die hohe Sintertemperatur die Kompaktheit der Legierungen verbessert, es kam jedoch auch zu einer Vergrößerung der Nanopartikel. Die Dauer des mechanischen Legierungsvorgangs, der Gewichtsanteil der Verstärkungsphase sowie die Sintertemperatur wirken sich auf die Mikrohärtigkeit des Gefüges aus.

**Schlagwörter:** *Mechanisches Legieren, Cu, FeCr, Morphologie, Härte*

## 1 Einleitung

Werkstoffe auf Cu/Cr-Basis werden aufgrund ihrer guten mechanischen und elektrischen Eigenschaften in elektronischen und elektrischen Bauteilen verwendet. Da eine gewisse Menge Cr in Cu in gelöst werden kann, lassen sich CuCr-Legierungen mit guten Eigenschaften hergestellten, sofern kleine Chrompartikel im Kupfergefüge vorliegen. Ungelöste Cr-Partikel wiederum können zu Verminderung der Leistungsfähigkeit führen [1–3]. Die CuCr-Legierung zeigt im Phasendiagramm eine begrenzte Löslichkeit im Gleichgewichtszustand. Mechanisches Legieren (MA, *mechanical alloying*) ist ein pulvermetallurgisches Verfahren, bei dem Hochleistungs-Kugelmöhlen zum Einsatz kommen. Durch mechanisches Legieren wird das Schmelzintervall von untereinander nicht mischbaren Zweistoffsystemen erweitert. So können Werkstoffe hergestellt werden, bei denen ein Gießverfahren nur schwer oder gar nicht möglich ist [4–6]. Mechanisches Legieren beschreibt das Zermahlen von Pulvern mit homogener Zusammensetzung, ohne dass ein Stoffübergang für die

and plasma technology. There are many problems that can arise when Cu-Cr based materials are produced in a melting method. The dissociation motion of Cr in a Cu melt is very slow, so around 1400 °C or higher temperature more melting times are needed. The difference in density of Cu and Cr is relatively big (density of Cr = 7.19 g/cm<sup>3</sup> and density of Cu = 8.95 g/cm<sup>3</sup>) [9, 10]. For this reason, solid chromium floats easily on the molten Cu surface and it is difficult to mix Cr into the melt. Cr is easily pushed out from the melt area during heating. Due to intense intersections with the induction zone, its temperature rises and the pot wall becomes easier to react. Owing to these negative situations, various problems such as poor quality and cost increase occur. Fang et al. studied the dissimilarity in morphology of copper-chromium alloy powders after mechanical grinding and alloying [11]. Chen et al. reported the effect of Cu ratio on microstructure and features in copper-chromium composites produced by mechanical alloying. The increment of copper ratio caused pure Cu regions in the Cu-Cr composite after mechanical alloying. This situation hindered the grinding process and increased the surface roughness [12]. Sheibani et al. investigated the structure of nano-crystalline Cu-Cr solid solution manufactured by MA [13]. The fabrication of alloy powders with nanocrystalline structure and high efficiency has gained interest for industrial works.

Homogenisierung erforderlich ist. Mit Hilfe dieses Verfahrens können reine nanokristalline Werkstoffe hergestellt werden [7, 8]. CuCr-Legierungen werden mithilfe verschiedener Verfahren hergestellt, z. B. pulvermetallurgisch, über Synthese bei erhöhter Temperatur oder über Plasmaverfahren. Werden Werkstoffe auf Cu/Cr-Basis im Schmelzverfahren hergestellt, kann es zu einer Reihe von Problemen kommen. Die Auflösungsgeschwindigkeit von Cr in der Cu-Schmelze ist sehr gering, sodass Temperaturen von ca. 1400 °C oder höher und längere Aufschmelzzeiten erforderlich sind. Die Dichteunterschiede zwischen Cu und Cr sind relativ hoch (Dichte von Cr = 7,19 g/cm<sup>3</sup> und Dichte von Cu = 8,95 g/cm<sup>3</sup>) [9, 10]. Aus diesem Grund setzt sich Chrom im festen Zustand leicht an der Oberfläche der Cu-Schmelze ab und erschwert damit die Vermischung mit der Schmelze. Bei der Erwärmung wird Cr leicht aus der Schmelze herausgedrängt. Aufgrund starker Überschneidungen mit der Induktionszone kommt es zur Erhitzung und Reaktionen mit der Tiegelwand können leichter auftreten. Als Folge dieser nachteiligen Umstände sind schlechte Qualität und steigende Kosten zu nennen. Fang et al. haben die Verschiedenheit in der Morphologie von legierten Kupfer-Chrom-Pulvern nach dem mechanischen Mahlen und Legieren untersucht [11]. Chen et al. berichten vom Einfluss des Cu-Anteils auf das Gefüge und die Eigenschaften von Kupfer-Chrom-Verbundwerkstoffen, die durch mechanisches Legieren hergestellt wurden. Ein höherer Kupferanteil führt zur Entstehung von reinen Cu-Bereichen im CuCr-Verbundwerkstoff nach dem mechanischen Legieren. Dieser Umstand behindert den Mahlvorgang und führt zu einem Anstieg der Oberflächenrauheit [12]. Sheibani et al. führten eine Untersuchung des Gefüges von nanokristallinen und durch mechanisches Legieren hergestellten CuCr-Mischkristallen durch [13]. Die Herstellung von legiertem Pulver mit nanokristallinem Gefüge und hoher Leistungsfähigkeit ist vor allem für industrielle Anwendungen von immer größerem Interesse.

In this study, high carbon ferrochromium powders were prepared as having a size lower than 50  $\mu\text{m}$ . Then FeCr powders were mechanically alloyed with Cu powders to obtain Cu-Cr composites reinforced by nanosized  $\text{M}_7\text{C}_3$  carbides. It was aimed to fabricate finer alloy powders with smaller crystal size and an ultrafine substructure consisting of well-dispersed carbides in the structure.

## 2 Experimental procedure

Commercially FeCr powders (64%Cr-24%Fe-6%C-2%Si, 46  $\mu\text{m}$ ) and Cu powders (99.9% purity, 46  $\mu\text{m}$ ) were used in the experiments. Spex type high energy grinder was used for mechanical alloying. The powders were blended in a steel ball mill at 120 rpm for 20 h under argon atmosphere (99%). The ball diameter was chosen as 10 mm and the ball-powder ratio was determined as 10:1. It was homogenized and then uniaxially cold compressed at a stress of up to 180 MPa. The sintering temperature was chosen as 1000 °C for 1 h. The process conditions and composite for the test samples are given in Table 1. The surfaces of the sintered samples were ground with 180-2000 mesh abrasives and polished with 1  $\mu\text{m}$  diamond paste. For the characterization of the microstructure, the samples were etched with 95%  $\text{FeCl}_3$  and 5% HCl solution. The structural changes of test samples were observed using scanning electron microscopy (SEM: ZEISS EVO LS10) and optical microscope (OM: LEICA DM750). Micro-

Für die vorliegende Untersuchung wurden Ferrochrom-Pulver mit hohem Kohlenstoffgehalt und einer Größe von weniger als 50  $\mu\text{m}$  hergestellt. Anschließend wurden die FeCr-Pulver mechanisch mit Cu-Pulvern zur Herstellung eines Cu-Cr-Verbundwerkstoffs mit verstärkenden  $\text{M}_7\text{C}_3$ -Karbiden im Nanometerbereich legiert. Ziel war die Herstellung feiner legierter Pulver mit geringer Kristallgröße und einer hochfeinen Substruktur bestehend aus fein verteilten Karbiden im Gefüge.

## 2 Versuchsdurchführung

Kommerzielle FeCr-Pulver (64%Cr-24%Fe-6%C-2%Si, 46  $\mu\text{m}$ ) und Cu-Pulver (Reinheit 99,9%, 46  $\mu\text{m}$ ) wurden für die Untersuchungen verwendet. Eine Hochenergiemühle vom Typ Spex wurde für das mechanische Legieren verwendet. Die Pulver wurden mithilfe von Stahlkugeln bei 120 U/min für 20 h unter Argon-Atmosphäre (99%) vermischt. Ein Kugeldurchmesser von 10 mm und ein Kugel-Pulver-Verhältnis von 10:1 wurden gewählt. Die Pulver wurden homogenisiert und anschließend bei bis zu 180 MPa uniaxial kaltgepresst. Gesintert wurde bei einer Temperatur von 1000 °C für 1 h. Die Prozessbedingungen und Zusammensetzungen der Proben sind in Tabelle 1 aufgeführt. Die Oberflächen der gesinterten Proben wurden mit Körnungen von 180-2000 Mesh geschliffen und anschließend mit Diamantpaste 1  $\mu\text{m}$  poliert. Für die Gefügecharakterisierung wurden die Proben mit einer Lösung bestehend aus 95%  $\text{FeCl}_3$  und 5% HCl geätzt. Die Gefügeveränderungen der Proben wurden mithilfe der Rasterelektronenmikroskopie (REM: ZEISS EVO LS10) und

| Sample no / Proben-Nr.        | S1   | S2   | S3   | S4   | S5   |
|-------------------------------|------|------|------|------|------|
| Cu (wt.%) / Cu (Gew.-%)       | Bal  | Bal. | Bal. | Bal. | Bal. |
| FeCr (wt.%) / FeCr (Gew.-%)   | 4    | 8    | 12   | 16   | 20   |
| Sintering (°C) / Sintern (°C) | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 | 1000 |

**Table 1:** Test conditions for the samples.

**Tabelle 1:** Proben und Versuchsbedingungen.

hardness quantities were detected on the QNESS Q10 M instrument by using a 50 g load at 0.5 mm intervals on the Vickers scale. The phase content of the synthesized samples was analyzed by using an X-ray diffraction (XRD: D8 Advance, Bruker) with Cu K $\alpha$  radiation ( $\lambda = 0.15418$  nm).

### 3 Experimental Results

#### 3.1 Mechanical alloying of Cu and FeCr

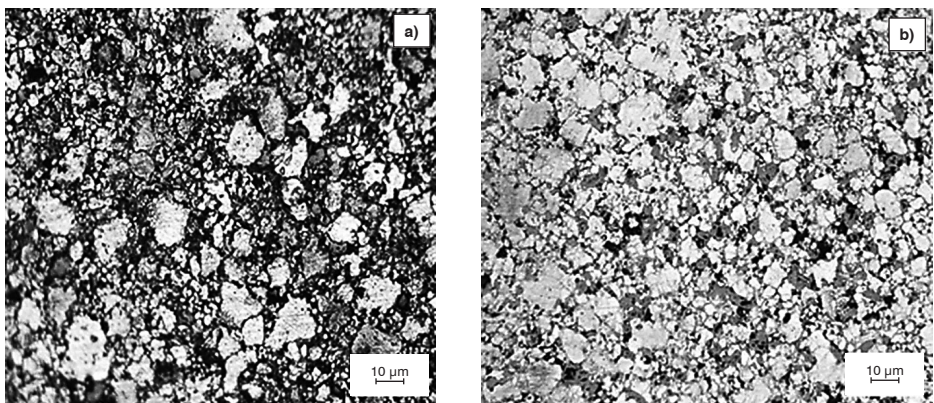
Optical photographs showing the morphology and grain size of S1-S5 samples produced from powders ground for 20 h are shown in Figure 1. The effect of MA on the structural changes of the powders can be seen from the photographs. In the first step of MA, FeCr powders were deformed and broken. FeCr particles were added to each of the copper particles and acted as a grinding assistive along the alloying. Ground FeCr provided higher impact on copper powders. It was much harder than the unmilled one due to the less crystallite format and higher intensity of structural defects. Thus, the

Lichtmikroskopie (LM: LEICA DM750) untersucht. Die Mikrohärtigkeit nach Vickers wurde mithilfe des Härteprüfers QNESS Q10 M und einer Prüfkraft von 50 g und Eindrücken in 0,5 mm Abständen ermittelt. Die Phasenanteile der über Synthese hergestellten Proben wurde mittels Röntgenbeugung (XRD: D8 Advance, Bruker) mit Cu-K $\alpha$ -Strahlung ( $\lambda = 0,15418$  nm) bestimmt.

### 3 Versuchsergebnisse

#### 3.1 Mechanisches Legieren von Cu und FeCr

Lichtmikroskopische Aufnahmen, die die Morphologie und Korngröße der aus 20 h lang gemahlene Pulvern hergestellten Proben S1-S5 zeigen, sind in Bild 1 zu sehen. Die Auswirkungen des mechanischen Legierens auf die Gefügeveränderungen der Pulver lässt sich anhand der Aufnahmen beurteilen. Im ersten Schritt des mechanischen Legierens werden die FeCr-Pulver verformt und aufgebrochen. FeCr wurde in gleicher Menge wie die Kupferpartikel zugegeben und dient beim Legieren als Mahlhilfsmittel. Durch die Zugabe von gemahlene FeCr wird eine höhere Stoßwirkung auf das Kupferpulver erreicht, da es aufgrund



**Figure 1:** Images of Cu-FeCr alloys after grinding a) S1, b) S5.

**Bild 1:** Aufnahmen der Cu-FeCr-Legierungen nach dem Schleifen a) S1, b) S5.

hardness of Cu raised and the effect of cold welding declined [14, 15]. Ungrounded copper was very soft compared to grounded copper. In the first stage, it showed a tendency to cold welding and thickening when this copper was ground with unground chromium. The Cu powders had a branch-like view with a rough surface and turned into scaly particles. The shape of the chrome powders remained the same. An increase in the particle format of copper was detected. The detected changes were caused by the diversity in the crystal structures of the powders. Face-centered cubic (FCC) copper is softer than volume-centered cubic (BCC) structured Cr [16]. Intensive cold processing of pure metals during MA caused significant plastic deformation of the particles at room temperature. The ductile structure of the copper made it difficult to crack during deformation. The presence of Cu increased the activity of particles. Cu made the particles coalesce and increased the deformation time. In addition, due to solid-solid collision acted between balls and particles, soft copper powder particles tended to be cold welded together [16–18].

### 3.2 Microstructural Evaluation

SEM images of S1-S5 samples are given in Figure 2.  $M_7C_3$  and  $M_{23}C_6$  carbides were detected around the Fe-Cr grains.  $M_{23}C_6$  precipitated as the black region around FeCr grains.  $M_7C_3$  carbides were seen as light colored around FeCr grains. The high sinter temperature increased the dissolution rate of the reinforcements in the samples. For this reason, an increase was observed in the  $Cr_7C_3$  and  $Cr_{23}C_6$  carbide ratios around the reinforcement. As it can be seen in Figure 2, sample S1 had a smaller degree of agglom-

der weniger kristallinen Struktur und stärker ausgeprägten Gefügefehlern eine deutlich höhere Härte als ungemahlene FeCr-Pulver besitzt. So nimmt die Härte von Cu zu und der Effekt der Kaltverschweißung nimmt ab [14, 15]. Ungemahlene Kupfer war im Vergleich zu gemahlene Kupfer sehr weich und zeigte zunächst eine Tendenz zur Kaltverschweißung und Verdickung, als es mit ungemahlene Chrom vermahlen wurde. Die Cu-Pulver wiesen ein verästeltes Aussehen und eine raue Oberfläche auf und bildeten sich zu schuppenförmigen Partikeln aus, während die Form der Chrompulver unverändert blieb. Eine Zunahme der Partikelgröße wurde beim Kupfer festgestellt. Ursache für diese beobachteten Veränderungen sind die unterschiedlichen Kristallstrukturen der Pulver. Kubisch-flächenzentriertes (kfz) Kupfer ist weicher als kubisch-raumzentriertes (krz) Cr [16]. Die intensive Kaltbearbeitung reiner Metalle beim mechanischen Legieren führt zu einer starken plastischen Verformung der Partikel bei Raumtemperatur. Das duktile Kupfergefüge lässt sich durch Verformung nur schwer aufbrechen. Die Anwesenheit von Cu führt zu einer erhöhten Aktivität der Partikel. Die Partikel verbinden sich und es kommt in der Folge zu einem Anstieg der Verformungszeit. Außerdem zeigten die weichen Kupferpartikel aufgrund der zwischen den Kugeln und Partikeln auftretenden Stoßkräfte eine Tendenz zur Kaltverschweißung [16–18].

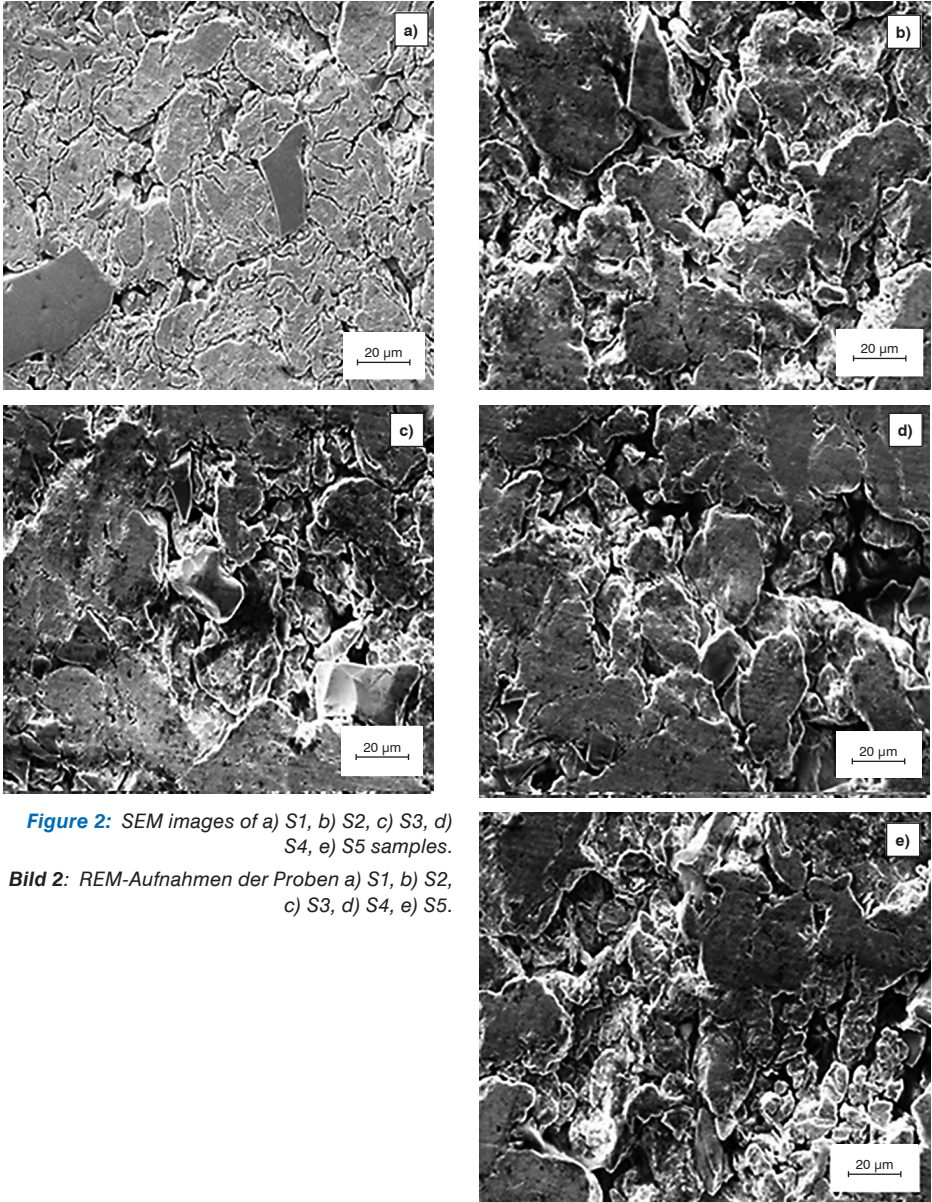
### 3.2 Gefügebeurteilung

REM-Aufnahmen der Proben S1-S5 sind in Bild 2 zu sehen. Karbide des Typs  $M_7C_3$  und  $M_{23}C_6$  wurden um die FeCr-Körner beobachtet. Die  $M_{23}C_6$ -Karbide scheiden sich aus und umgeben als schwarze Bereiche die FeCr-Körner. Die Karbide des Typs  $M_7C_3$  um die FeCr-Körner erscheinen hell. Die hohe Sinter-temperatur führt zu einer Zunahme der Auflösungsgeschwindigkeit der Verstärkungsphase in den Proben. Aus diesem Grund wurden höhere Anteile an  $Cr_7C_3$ - und  $Cr_{23}C_6$ -Karbiden um die Verstärkungspartikel herum beobach-



eration. Since the hardness of the metals was very different from each other, the powder of the hard material showed the behavior

tet. In Bild 2 ist zu erkennen, dass die Probe S1 wenig Agglomeration aufweist. Die Metalle unterscheiden sich stark in ihrer Härte und es



**Figure 2:** SEM images of a) S1, b) S2, c) S3, d) S4, e) S5 samples.

**Bild 2:** REM-Aufnahmen der Proben a) S1, b) S2, c) S3, d) S4, e) S5.

of absorbing the softer material. As the MA process continued, the hard FeCr was further broken and inserted in the soft copper powders. In the next process, chromium dispersed between the copper layers and settled in the copper powders. An alloy was formed due to the close contact of the Cu and FeCr powders. Increasing lattice defect accumulation with further alloying led to hardening [19, 20]. Along with this, the interlayer spacing was reduced and the undissolved brittle powders were distributed in the ductile matrix. With the further increase of the hardness of copper, fracture became the main process. In wet conditions, parts were less welded together. Since the solvent molecules could be adsorbed on the surface of the hardened particles, direct contact was avoided [21, 22]. When the temperature was increased, the alloys melted. Some of the FeCr did not remelt into the Cu melt due to the low temperature and short melting period. In addition, an ultrafine substructure consisting of well-dispersed particles was observed in the samples in Figure 2.

EDS analyses of the S5 sample are given in Figure 3. The primary powders of dissimilar metals were generally stress-free. When the grinding operation was started, there was a rise in the amount of crystallographic defects and dislocations. During the ball milling of copper alloys, the powders were deformed by the action of the balls due to the local temperature increase. Thus, atomic diffusion occurred. The amount of crystal defects such as voids, stacking errors and dislocations was greatly reduced. After annealing, recovery and recrystallization, the lattice parameters of Cu decreased due to the larger atomic radius than Cr. As a result, the chromium atoms desist the crystal structure of the supersaturated alloy [22, 23].

wurde beobachtet, dass der harte Werkstoff den weicheren absorbiert hatte. Im weiteren Verlauf des mechanischen Legierens wurde das harte FeCr weiter aufgebrochen und in die weichen Kupferpulver eingemahlen. Anschließend verteilte sich das Chrom zwischen den Kupferschichten und setzte sich so im Kupferpulver ab. Die Legierung entsteht durch den engen Kontakt der Cu- und FeCr-Pulver. Durch weiteres Aufstauen der Gitterfehler kommt es im weiteren Legierungsprozess schließlich zur Verfestigung [19, 20]. Damit geht eine Verringerung des Abstands zwischen den Schichten einher und die ungelösten spröden Pulverpartikel verteilen sich in der duktilen Matrix. Mit dem weiteren Anstieg der Härte von Kupfer wurde das Aufbrechen der Partikel zum wichtigsten Prozess. Beim Nassmahlen verschweißen die Teile weniger stark. Dadurch, dass die löslichen Moleküle an der Oberfläche der verfestigten Partikel adsorbiert werden konnten, wurde ein direkter Kontakt vermieden [21, 22]. Durch eine Erhöhung der Temperatur kam es zum Aufschmelzen der Legierungen. Ein Teil des FeCr wurde aufgrund der niedrigen Temperatur und der kurzen Schmelzdauer nicht in der Cu-Schmelze aufgeschmolzen. Hinzu kommt, dass eine hochfeine Substruktur bestehend aus fein verteilten Partikeln bei den Proben in Bild 2 beobachtet wurde.

Die Ergebnisse der EDX-Analyse von Probe S5 sind in Bild 3 dargestellt. Die Ausgangspulver der unterschiedlichen Metalle waren im Allgemeinen spannungsfrei. Mit Beginn des Mahlvorgangs nimmt die Zahl der Gitterfehler und Versetzungen zu. Beim Kugelmahlen der Kupferlegierungen werden die Pulver durch die Bewegung der Mahlkugeln aufgrund des lokalen Temperaturanstiegs verformt. So kommt es zur atomaren Diffusion. Die Anzahl der Gitterfehler wie Leerstellen, Stapelfehler und Versetzungen verringert sich deutlich. Nach dem Glühen, der Erholung und Rekristallisation kommt es aufgrund des im Vergleich zu Cr größeren Atomradius zu einer Abnahme der Gitterparameter von Cu. Folglich unterbrechen die Chromatome die Kristallstruktur der



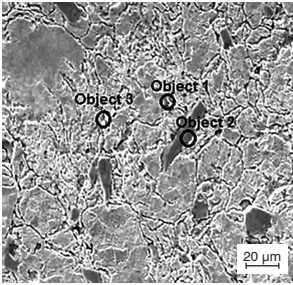
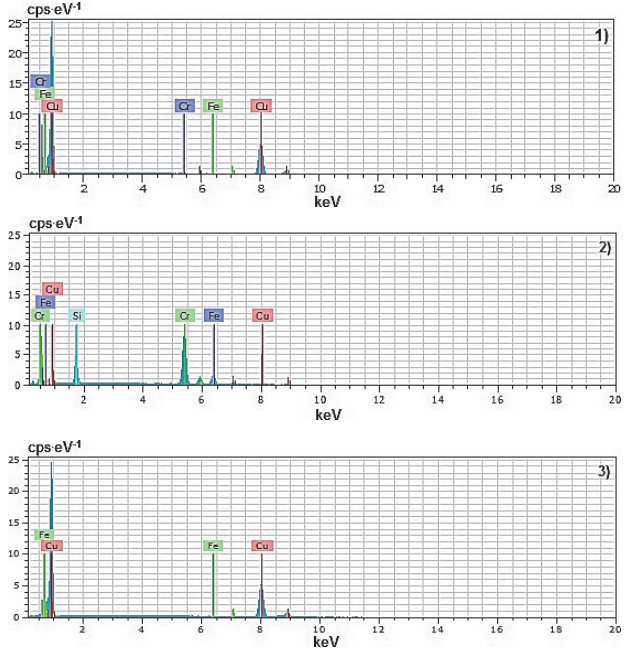


Figure 3: EDS analyses of S5 sample.

Bild 3: Ergebnis der EDX-Analyse von Probe S5.



XRD of the S5 sample is given in Figure 4. C<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, C<sub>7</sub>C<sub>3</sub> carbides and α-Cu phase were seen in the structure.

übersättigten Legierung [22, 23]. Das Ergebnis der XRD-Analyse der Probe S5 ist in Bild 4 dargestellt. Karbide des Typs C<sub>23</sub>C<sub>6</sub> sowie C<sub>7</sub>C<sub>3</sub> und α-Cu lagen im Gefüge vor.

### 3.3 Hardness

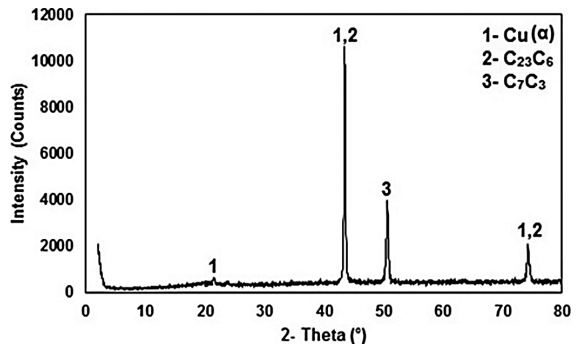
The microhardness variation of the samples is given in Figure 5. Severe cold working

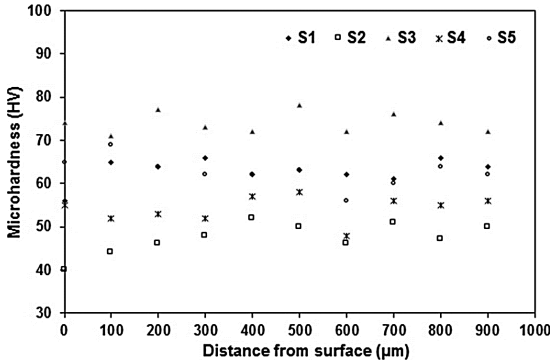
### 3.3 Härte

Die Änderungen in der Mikrohärtigkeit der Proben ist in Bild 5 dargestellt. Der hohe Grad an Kalt-

Figure 4: XRD result of S5 sample.

Bild 4: Ergebnis der XRD-Analyse von Probe S5.





**Figure 5:** Microhardness variation of Cu-FeCr alloys.

**Bild 5:** Änderungen der Mikrohärtete der Cu-FeCr-Legierungen.

through long grinding time led to the dissolution of Cr in Cu lattice. As the copper powder was more prone to embrittlement and fracture, the volume of more dissolved FeCr particles increased. As a result Cu was very ductile, it was broken faster than FeCr. Therefore, the Cr powder particles were dispersed among the copper particles. Cr particles tended to break with increasing grinding time. A homogeneous distribution of the average powder shape was achieved. MA had a very good ability to mix particles. It showed a significant effect on increasing the hardness of the materials. The homogeneous diffusion of chromium in the copper lattice affected the microhardness of the solid solution. Fine and hard particles prevent permanent deformation and general diffusion process during the pressing of compacts [22]. The hardness of copper increased significantly after grinding with chromium. The increased amount of reinforcement rate increased the hardness. The alloying element accelerated the hardening, disintegration and diffusion of crystal. Also, the effects of cold working became more pronounced and dislocation occurred. In Cu-Cr alloys, the reinforcing materials delay the recovery and recrystallization process and increases the recrystallization temperature [23].

verformung durch eine zunehmende Mahldauer führte dazu, dass sich Cr im Cu-Gitter löst. Da das Kupferpulver anfälliger für Versprödung und Aufbrechen ist, nimmt die Menge an gelösten FeCr-Partikeln zu. Durch die hohe Duktilität des Kupfers wurde es leichter aufgebrochen als FeCr, sodass die Cr-Pulverpartikel fein verteilt zwischen den Kupferpartikeln vorlagen. Die Cr-Partikel zeigten mit zunehmender Mahldauer eine steigende Bruchneigung. Eine homogene Verteilung der Partikel und ihrer durchschnittlichen Form konnte erzielt werden. Durch das mechanische Legieren ließ sich eine sehr gute Vermischung der Partikel erreichen und eine deutliche härtesteigernde Wirkung auf die Werkstoffe wurde beobachtet. Die homogene Diffusion von Chrom im Kupfergitter wirkt sich auf die Mikrohärtete des Mischkristalls aus. Feine und harte Partikel verhindern eine dauerhafte Verformung und im Allgemeinen den Diffusionsvorgang während die Pulver zu Presslingen verdichtet werden [22]. Die Härte von Kupfer nahm durch das Vermahlen mit Chrom deutlich zu. Ein zunehmender Anteil an Verstärkungsphase führte zu einem Anstieg der Härte. Durch das Legierungselement werden die Verfestigung und Auflösung des Kristalls sowie die Diffusion im Kristallgitter beschleunigt. Zudem wurde der Einfluss der Kaltverformung verstärkt und Versetzungen traten auf. In den CuCr-Legierungen verzögern die verstärkenden Partikel die Erholung und Re-

## 4 Conclusions

The results detected are summarized below.

- Nano sized  $M_7C_3$  carbides reinforced Cu-Cr composites were successfully fabricated by MA.
- The increase of mechanical alloying time increased cold deformation rate and resulted in breakage of the Cu-Cr powder particles with the increase in FeCr addition throughout MA.
- The increase of reinforcer rate decreased the collision force between the Cu-Cr powders and the grinding ball. Therefore, the size of the carbides in the structure increased with the reinforcement ratio.
- The hardness increased with the increment of the amount of reinforcement.
- The high sintering temperature improved the compactness of the alloys and caused the nanoparticles to coarsen.
- Cr dissolved from FeCr particulates, and  $Cr_7C_3$  and  $C_{23}C_6$  carbides formed around the FeCr reinforcers.
- Depending on the Cu/FeCr percentage and the sintering temperature, the amount of precipitated  $C_{23}C_6$  and  $C_7C_3$  carbides increased.
- After mechanical alloying, FeCr grains decreased in size more than copper grains due to the ductility of copper grains. FeCr crystal was broken more efficiently than copper crystals.
- The presence of Cu increased the activity of particles. Cu made the particles coalesce and increased the deformation time.

kristallisation und führen zu einem Anstieg der Rekristallisationstemperatur [23].

## 4 Schlussfolgerungen

Die Ergebnisse der Untersuchung lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- CuCr-Verbundwerkstoffe mit verstärkenden Karbiden des Typs  $M_7C_3$  im Nanometerbereich wurden erfolgreich durch mechanisches Legieren hergestellt.
- Je länger der mechanische Legierungsprozess andauert, desto mehr nimmt der Grad an Kaltverformung zu, was zu einem Aufbrechen der CuCr-Pulverpartikel bei weiterer Zugabe von FeCr während des mechanischen Legierens führt.
- Mit steigendem Anteil an Verstärkungsphase kommt es zu einer Abnahme der Stoßkräfte zwischen den CuCr-Pulverpartikeln und den Mahlkugeln, weshalb die Größe der Karbide im Gefüge mit steigendem Anteil an Verstärkungspartikeln zunimmt.
- Der steigende Anteil an Verstärkungsphase führt zu einem Anstieg der Härte.
- Die hohe Sintertemperatur verbessert die Kompaktheit der Legierungen und führt zu einer Vergrößerung der Nanopartikel.
- Cr löst sich aus dem partikelförmigen FeCr und Karbide des Typs  $Cr_7C_3$  und  $C_{23}C_6$  bilden sich um die verstärkenden FeCr-Partikel herum.
- In Abhängigkeit des Verhältnisses von Cu zu FeCr und der Sintertemperatur nimmt die Menge an ausgeschiedenen  $C_{23}C_6$ - und  $C_7C_3$ -Karbiden zu.
- Nach dem mechanischen Legieren sind die FeCr-Körner kleiner als die Kupferkörner, was auf die Duktilität der Kupferkörner zurückzuführen ist. Die FeCr-Kristalle werden effizienter aufgebrochen als die Kupferkristalle.
- Die Anwesenheit von Cu führt zu einer erhöhten Aktivität der Partikel. Durch Cu verschweißen die Partikel miteinander und es kommt zu einer längeren Verformungszeit.

## 5 Acknowledgements

The authors are grateful to Inan Machine Industry and Trade Incorporate Company for their assistance in conducting the experiments.

## References / Literatur

- [1] Zhang, S.; Zhu, H.; Zhang, L.; Zhang, W.; Yang, H.; Zeng, X.: Microstructure and properties of high strength and high conductivity Cu-Cr alloy components fabricated by high power selective laser melting. *Mater. Lett.* 237 (2019), pp. 306–309.  
DOI:10.1016/j.matlet.2018.11.118
- [2] Shen, D. P.; Zhu, Y. J.; Yang, X.; Tong, W. P.: Investigation on the microstructure and properties of Cu-Cr alloy prepared by in-situ synthesis method. *Vacuum*, 149 (2018), pp. 207–213.  
DOI:10.1016/j.vacuum.2017.12.035
- [3] Garzón-Manjón, A.; Christiansen, L.; Kirchlechner, I.; Breithbach, B.; Liebscher, C. H.; Springer, H.; Dehm, G.: Synthesis, microstructure, and hardness of rapidly solidified Cu-Cr alloys. *J. Alloy. Compd.* 794 (2019), pp. 203–209.  
DOI:10.1016/j.jallcom.2019.04.209
- [4] He, W. X.; Wang, E. D.; Hu, L. X.; Yu, Y.; Sun, H. F.: Effect of extrusion on microstructure and properties of a submicron crystalline Cu-5wt.%Cr alloy. *J. Mater. Process. Technol.* 208 (2008), pp. 1–3. 205–210.  
DOI:10.1016/j.jmatprotec.2007.12.107
- [5] Yilmaz, S. O.; Teker, T.; Demir, F.: Effect of mechanical alloying on FeCrC reinforced Ni alloys. *Mater. Test.* 58 (2016) 4, pp. 337–342.  
DOI:10.3139/120.110863
- [6] Hajalilou, A.; Kianvash, A.; Lavvafi, H.; Shamel, K.: Nanostructured soft magnetic materials synthesized via mechanical alloying: a review. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 29 (2018), pp. 1690–1717.  
DOI:10.1007/s10854-017-8082-0
- [7] Suryanarayana, C., Joubori, A. A., Wang, Z.: Nanostructured materials and nanocomposites by mechanical alloying: An overview. *Met. Mater. Int.* 28 (2022), pp. 41–53.  
DOI:10.1007/s12540-021-00998-5

## 5 Danksagung

Die Autoren danken der Inan Machine Industry und Trade Incorporate Company für deren Unterstützung bei der Durchführung der Untersuchungen.

- [8] Aguilar, C.; Martinez, V. D. P.; Palacios, J. M.; Ordoñez, S.; Pavez, O.: A thermodynamic approach to energy storage on mechanical alloying of the Cu-Cr system. *Scripta Mater.* 57 (2007) 3, pp. 213–216.  
DOI:10.1016/j.scriptamat.2007.04.006
- [9] Sheibani, S.; Heshmati-Manesh, S.; Ataie, A.: Structural investigation on nano-crystalline Cu-Cr supersaturated solid solution prepared by mechanical alloying. *J. Alloys Compd.* 495 (2010) 1, pp. 59–62.  
DOI:10.1016/j.jallcom.2010.02.034
- [10] Peng, L.; Xie, H.; Huang, G.; Xu, G.; Yin, X.; Feng, X.; Mi, X.; Yang, Z.: The phase transformation and strengthening of a Cu-0.71 wt.-% Cr alloy. *J. Alloys Compd.* 708 (2017), pp. 1096–1102.  
DOI:10.1016/j.jallcom.2017.03.069
- [11] Suryanarayana, C.: Mechanical alloying: a critical review. *Mater. Res. Lett.* 10 (2022) 10, pp. 619–647.  
DOI:10.1080/21663831.2022.2075243
- [12] Fang, Q.; Kang, Z.: An investigation on morphology and structure of Cu-Cr alloy powders prepared by mechanical milling and alloying. *Powder Technol.* 270 (2015) Part A, pp. 104–111.  
DOI:10.1016/j.powtec.2014.10.010
- [13] Chen, C.; Duan, C.; Li, Y.; Feng, X.; Shen, Y.: Effects of Cu content on the microstructures and properties of Cr-Cu composite coatings fabricated via mechanical alloying method. *Powder Technol.* 277 (2015), pp. 36–46.  
DOI:10.1016/j.powtec.2015.02.053
- [14] Liu, Q.; Zhang, X.; Ge, Y.; Wang, J.; Cui, J. Z.: Effect of processing and heat treatment on behavior of Cu-Cr-Zr alloys to railway contact wire. *Metall. Mater. Trans.* 37 (2006), pp. 3233–3238.  
DOI:10.1007/BF02586158
- [15] Liu, J. L.; Wang, E. D.; Liu, Z. Y.; Hu, L. X.; Fang, W. B.: Phases interface in deformation processed Cu-15 wt.%Cr composite prepared by elemental powders. *Mater. Sci. Eng. A.* 382 (2004) 1–2, pp. 301–304.  
DOI:10.1016/j.msea.2004.04.074

- [16] Zhou, H. T.; Zhong, J. W.; Zhou, X.; Zhao, Z. K.: Microstructure and properties of Cu-1.0Cr-0.2Zr-0.03Fe alloy. *Mater. Sci. Eng.* 498 (2008) 1–2, pp. 225–230.  
DOI:10.1016/j.msea.2008.07.061
- [17] Fang, Q.; Kang, Z. X.; Gan, Y. W.; Long, Y.: Microstructures and mechanical properties of spark plasma sintered Cu-Cr composites prepared by mechanical milling and alloying. *Mater. Des.* 88 (2015), pp. 8–15.  
DOI:10.1016/j.matdes.2015.08.127
- [18] Shkodich, N. F.; Rogachev, A. S.; Vadchenko, S. G.; Moskovskikh, D. O.; Sachkova, N. V.; Rouvimov, S.; Mukasyan, A. S.: Bulk Cu-Cr nanocomposites by high-energy ball milling and spark plasma sintering. *J. Alloy. Compd.* 617 (2014), pp. 39–46.  
DOI:10.1016/j.jallcom.2014.07.133
- [19] Zhang, S.; Zhu, H.; Zhang, L.; Zhang, W.; Yang, H.; Zeng, X.: Microstructure and properties of high strength and high conductivity Cu-Cr alloy components fabricated by high power selective laser melting. *Mater. Lett.* 237 (2019), pp. 306–309.  
DOI:10.1016/j.matlet.2018.11.118
- [20] Zhou, J. M.; Zhu, D. G.; Tang, L. T.; Jiang, X. S.; Chen, S.; Peng, X.; Hu C. F.: Microstructure and properties of powder metallurgy Cu-1 %Cr-0.65 %Zr alloy prepared by hot pressing. *Vacuum.* 131 (2016), pp. 156–163.  
DOI:10.1016/j.vacuum.2016.06.008
- [21] Kommel, L.; Huot, J.; Omranpour Shahreza, B.: Effect of hard cyclic viscoplastic deformation on the microstructure, mechanical properties, and electrical conductivity of Cu-Cr alloy. *J. Mater. Eng. Perform.* 31 (2022), pp. 9690–9702.  
DOI:10.1007/s11665-022-06997-w
- [22] Akbari, G.; Taghian, D. M.: Nanostructure Cu-Cr alloy with high dissolved Cr contents obtained by mechanical alloying process. *Powder Metall.* 54 (2011) 1, pp. 19–23.  
DOI:10.1179/003258909X12450768327027
- [23] Uchida, S.; Kimura, T.; Nakamoto, T.; Ozaki, T.; Miki, T.; Takemura, M.; Oka, Y.; Tsubota, R.: Microstructures and electrical and mechanical properties of Cu-Cr alloys fabricated by selective laser melting. 175 (2019), p. 107815.  
DOI:10.1016/j.matdes.2019.107815

## Bibliography

DOI 10.1515/pm-2022-1036

Pract. Metallogr. 60 (2023) 7; page 416–428

© 2023 Walter de Gruyter GmbH,

Berlin/Boston, Germany

ISSN 0032–678X · e-ISSN 2195–8599

### Prof. Dr. Tanju Teker



born in Sivas, works in Sivas Cumhuriyet University, Faculty of Technology, Department of Manufacturing Engineering, Sivas, Turkey. He graduated in Metallurgy Education from Gazi University, Ankara, Turkey, in 1997. He received his MSc and Ph.D degrees from Firat University,

Elazig, Turkey in 2004 and 2010, respectively. His research interests metal coating techniques, casting, fusion and welding solid-state welding methods.

### Prof. Dr. S. Osman Yilmaz



born in Elazig, works in the Namik Kemal University, Faculty of Engineering, Department of Mechanical Engineering, Corlu, Tekirdağ, Turkey. He received his BSc from METU University, Faculty of Engineering, Metallurgy and Materials Engineering Department, Ankara, Turkey in 1989, his MSc from the Institute of Science and

Technology, Metallurgy Department in 1992 and his Ph.D from the University of Firat, Institute of Science and Technology, Metallurgy Department, Elazig, Turkey in 1998. He studied metal coating techniques, surface modification, welding, casting and wear.