T.C. SAKARYA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN AI-Cu ALAŞIMLARININ MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

# DOKTORA TEZİ Azim GÖKÇE

Enstitü Anabilim Dalı	:	METAL EĞİTİMİ
Tez Danışmanı	:	Doç. Dr. Ali Osman KURT
Ortak Danışman	:	Prof. Dr. Fehim FINDIK

Ağustos 2013

T.C. SAKARYA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

# TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİYLE ÜRETİLEN Al-Cu ALAŞIMLARININ MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİ

### DOKTORA TEZİ

## Azim GÖKÇE

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Bu tez 23/09/2013 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Yusuf ÖZÇATALBAŞ

Prof. Dr. Süleyman GÜNDÜZ

Üye

Doç. Dr. Ali Osman KURT

Jüri Başkanı Dr. Ramazan KAYIK Doc Üye

Üye Yrd. Doç. Dr. Mediha İPEK

Üye

## TEŞEKKÜR

Tez konusunun belirlendiği günden en son numunenin karakterizasyonu tamamlanana kadar çalışmanın her aşamasında yol gösteren ve desteğini esirgemeyen danışmanım Doç. Dr. Ali Osman KURT ve tecrübesiyle çalışmaya yol gösteren ikinci danışmanım Prof. Dr. Fehim FINDIK'a teşekkür ederim. Çalışmanın çeşitli aşamalarında yardımlarından dolayı Sakarya Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi'ndeki öğretim üyelerine ve mesai arkadaşlarıma şükranlarımı sunarım. Tez izleme komitesinde bulunan ve çalışmaya yön veren Doç. Dr. Ramazan KAYIKCI ve Yrd. Doç. Dr. Mediha İPEK'e teşekkür ederim. Karakterizasyon çalışmalarındaki katkılarından dolayı Arş. Gör. Murat ÇOLAK, Uzm. Fuat KAYIŞ, Uzm. Murat KAZANCI, Uzm. Garip ERDOĞAN, Arş. Gör. Mehmet UYSAL, Arş. Gör. Ramazan KARSLIOĞLU, Uzm. Şehzat AÇIKGÖZ ve Uzm. Neslihan AÇIKGÖZ'e teşekkürü bir borç bilirim. En zor zamanlarda desteklerini hissettiğim Yrd. Doç. Dr. Hüseyin ŞEVİK ve Arş. Gör. Nesrin ŞEVİK'e müteşekkirim. Çalışmayı 2009-50-02-20 kodlu proje kapsamında destekleyen Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu'na, Magnezyum tozlarının teminindeki katkılarından dolayı Magnezyum Metal A.Ş.'ye teşekkür ederim.

Son olarak, başta annem ve babam olmak üzere öğrenim hayatım boyunca beni koşulsuz destekleyen tüm aileme şükranlarımı sunarım. Çalışmanın tüm aşamalarında gösterdiği sabır, fedakârlık ve desteklerinden dolayı eşim Ayla GÖKÇE'ye teşekkürü borç bilirim.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ	ix
TABLOLAR LİSTESİ	xvi
ÖZET	xviii
SUMMARY	xix

# BÖLÜM 1.

GİRİŞ	 1

# BÖLÜM 2.

TOZ METALURJİSİ	7
2.1. Toz Üretimi	8
2.1.1. Mekanik üretim yöntemleri	9
2.1.1.1. Kırpma ile üretim	9
2.1.1.2. Darbe ile toz haline getirme	10
2.1.1.3. Ezme, ufalama ile üretim	10
2.1.1.4. Öğütme ile üretim	11
2.1.2. Atomizasyon	12
2.1.2.1. Sıvı atomizasyonu	13
2.1.2.2. Gaz atomizasyonu	13
2.1.2.3. Savurmalı atomizasyon	15
2.1.2.4. Diğer atomizasyon yöntemleri	16
2.1.3. Elektro-kimyasal üretim teknikleri	16
2.1.4. Kimyasal yöntemler	16
2.2. Karıştırma ve Harmanlama İşlemleri	17

2.3. Presleme İşlemleri	18
2.3.1. Tek eksenli presleme	18
2.3.2. Soğuk izostatik presleme	19
2.3.3. Sıcak izostatik presleme	20
2.4. Sinterleme	21
2.4.1. Katı faz sinterleme	22
2.4.2. Sıvı faz sinterleme	22
2.4.2.1. Geçici sıvı faz sinterleme	23
2.4.2.2. Kalıcı sıvı faz sinterleme	24
2.4.2.3. Süper katıgen sıvı faz sinterleme	25
2.5. Sinter Sonrası İşlemler	25

# BÖLÜM 3.

ALÜMİNYUM ve ALAŞIMLARI	26
3.1. Ticari Alüminyum Alaşımları	26
3.1.1. Alüminyum-bakır alaşımları	27
3.1.2. Alüminyum-bakır-magnezyum alaşımları	30

# BÖLÜM 4.

•• •					
ALUMIN	YUM ESASLI	TOZ METALUF	RJISI UYGULA	AMALARI	33

## BÖLÜM 5.

DENEYSEL ÇALIŞMALAR	42
5.1. Malzeme	42
5.2. Metod	42
5.2.1. Sinter öncesi işlemler	42
5.2.1.1. Toz karıştırma işlemleri	42
5.2.2. Sinter işlemleri	47
5.2.2.1. Termal analizler	47
5.2.2.2. Sinterleme işlemleri	47
5.3. Isıl İşlemler	50
5.4. Mekanik Testler	51
5.4.1. Eğme dayanımı	51

5.4.2. Sertlik ölçümleri	52
5.5. Yoğunluk Ölçümleri	52
5.6. Mikroyapısal Karakterizasyon	53
5.6.1. Numune hazırlama	53
5.6.2. Optik mikroyapı incelemeleri	53
5.6.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri	54
5.6.4. X ışını kırınım (XRD) analizleri	54

## BÖLÜM 6.

DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA	55
6.1. Hammadde	55
6.1.1. Alüminyum	55
6.1.2. Bakır	58
6.1.3. Magnezyum	61
6.2. Toz Paketleme Yoğunluğu ve Akış Özellikleri	63
6.3. Şekillendirme İşlemleri	66
6.4. Sinterleme	71
6.4.1. Al4Cu alaşımı	71
6.4.2. Al4Cu0.5Mg alaşımı	112
6.4.3. Al4Cu1Mg alaşımı	132
6.4.4. Al4Cu2Mg alaşımı	145
6.5. Isıl İşlemler	158
6.5.1. Al4Cu alaşımı	158
6.5.2. Al4Cu0.5Mg alaşımı	166
6.5.3. Al4Cu1Mg alaşımı	171
6.5.4. Al4Cu2Mg alaşımı	183

# BÖLÜM 7.

GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER	193
7.1 Sonuçlar	193
7.2. Öneriler	199

KAYNAKLAR 2	201
-------------	-----

ÖZGEÇMİŞ	227
EKLER	228

# SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

°C	: Santigrad derece
Ağ.(%)	: Yüzde ağırlık
At. (%)	: Yüzde atomik
ASTM	: Amerikan Malzeme Test ve Standarları
CIP	: Soğuk izostatik presleme
DIN	: Alman Standardları Enstitüsü
dk	: Dakika
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometri
HB	: Brinell sertlik
HDPE	: Yüksek yoğunluklu polietilen
HIP	: Sıcak izostatik presleme
HV	: Vickers sertlik
kg	: Kilogram
kgf	: Kilogram kuvvet
kN	: Kilonewton
lt	: Litre
mm <sup>2</sup>	: Milimetrekare
MPa	: Megapaskal
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
SiC	: Silisyum karbür
ТМ	: Toz metalurjisi
TRS	: Eğme dayanımı
UNI	: İtalyan Standardizayon Birimi
vd.	: Ve diğerleri
XRD	: X ışını difraksiyonu

# ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Toz metalurjisi sürecinin kısa şeması	1
Şekil 1.2. İmal usullerinin hammadde kullanımı verimliliği ve enerji kullanımı	
grafiği	2
Şekil 1.3. Bazı malzemelerin dayanım/ağırlık oranları	3
Şekil 1.4. Bir araç ağırlığında 100 kg'lık bir düşme ile 100 km'de elde edilen er	nerji
tasarrufu	4
Şekil 1.5. Yakıt tüketimi değerlerinin tarihsel gelişimi	5
Şekil 1.6. Ortalama binek araçta kullanılan malzeme türleri	5
Şekil 2.1. Toz metalurjisi işlem basamakları	8
Şekil 2.2. Endüstriyel uygulamalarda görülen toz morfolojileri	8
Şekil 2.3. a) Halkalı değirmen ve b) merdaneli öğütme şeması	10
Şekil 2.3. Bilye dolu kavanozla öğütme işlemi	11
Şekil 2.4. Atomizasyon yöntemi şematik gösterimi	12
Şekil 2.5. Yatay pozisyon gaz atomizasyon ünitesi	14
Şekil 2.6. Savurmalı atomizasyon şeması	15
Şekil 2.7. TM süreçlerinde kullanılan toz örnekleri	17
Şekil 2.8. Tek eksenli preslemenin şematik gösterimi	19
Şekil 2.9. Soğuk izostatik presleme sistemi şeması	20
Şekil 2.10. Sinterleme yöntemleri	21
Şekil 2.11. Katı faz sinterleme aşamaları	22
Şekil 2.12. Sıvı faz sinterleme şematik gösterimi	23
Şekil 2.13. İki fazlı iki farklı sisteme ait faz diyagramı	24
Şekil 2.14. İki fazlı sistemde kalıcı sıvı faz sinterleme noktası	24
Şekil 2.15. Süper katıgen sıvı faz sinterleme	25
Şekil 3.1. Al-Cu denge diyagramı	29
Şekil 3.2. GP bölgelerinin oluşumu	29
Sekil 3.3. Al4Cu alasımında yaşlandırma süresi ile oluşan fazlar arası ilişki	30

Şekil 3.4. Al-Cu-Mg faz diyagramının 200 °C'de izotermal kesiti	32
Şekil 4.1. Islatma açısının şematik gösterimi	39
Şekil 4.2. Alüminyum magnezyum ikili sisteminde alümina tabakasının magnezy	/um
tarafından indirgenmesinin şematik gösterimi.	40
Şekil 5.1. Toz karıştırma işlemlerinde kullanılan ekipman	43
Şekil 5.2. Tozların şekillendirilmesinde kullanılan kalıp	44
Şekil 5.3. Üretilen numunelerin şekli ve ebatları	45
Şekil 5.4. Sinterlenmek üzere hazırlanmış ve kodlanmış numuneler	45
Şekil 5.5. DSC analizlerinin yapılmasında kullanılan termal analiz cihazı	47
Şekil 5.6. Sinterleme fırını ve çevre donanımları	48
Şekil 5.7. Sinter işlemlerinde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği örneği	49
Şekil 5.8. Isıl işlemlerde kullanılan ısıl çevrimin şematik gösterimi	50
Şekil 5.9. Eğme testlerinin yapıldığı çekme cihazı	51
Şekil 5.10. 3 nokta eğme deneyinin şematik gösterimi	52
Şekil 5.11. Numune parlatma işlemlerinde kullanılan parlatma cihazı	53
Şekil 6.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan Al tozlarına ait SEM görüntüsü	55
Şekil 6.2. Alüminyum tozlarının EDS analiz grafiği	57
Şekil 6.3. Alüminyum tozlarının tane boyut dağılımı grafiği	58
Şekil 6.4. Deneysel çalışmalarda kullanılan Cu tozlarına ait SEM görüntüsü	59
Şekil 6.5. Bakır tozlarına ait EDS analizi grafiği	60
Şekil 6.6. Bakır tozlarının tane boyut dağılımı grafiği	60
Şekil 6.7. Deneysel çalışmalarda kullanılan Mg tozlarına ait SEM görüntüsü	61
Şekil 6.8. Magnezyum tozlarına ait EDS analizi grafiği	61
Şekil 6.9. Magnezyum tozlarına ait tane boyut dağılımı grafiği	62
Şekil 6.10. Çalışmada kullanılan tozlara ait tane boyut dağılımı karşılaştırması	63
Şekil 6.11. Tozların görünür ve titreşimli yoğunluk değerleri	64
Şekil 6.12. Karıştırma işlemi sonrası Al4Cu0.5Mg tozuna ait elementel haritalama	a
görüntüsü	65
Şekil 6.13. Presleme basıncının yoğunluğa etkisi	67
Şekil 6.14. 400 MPa basınç ile şekillendirilmiş Al4Cu2Mg kompaktın kırık yüzey	y
görüntüsü	69
Şekil 6.15. 400 MPa basınç altında şekillendirilmiş Al4Cu2Mg kompaktın kırık	
yüzey görüntüsü ve elementel haritalama analizi	70

Şekil 6.16.	Al-Cu ikili denge diyagramının alüminyumca zengin kısmı	73
Şekil 6.17.	Al4Cu alaşımına ait DSC grafiği.	74
Şekil 6.18.	Al-Cu alaşımlarında sinter süresince yaşanan mikroyapısal değişimler	75
Şekil 6.19.	Al4Cu numunesinin sinter sonrası DSC grafiği	76
Şekil 6.20.	Al4Cu alaşımına ait dilatometre eğrisi	78
Şekil 6.21.	538 C'de yapılan sinter çalışmalrında kullanılan sinter-zaman grafiği	78
Şekil 6.22.	Al4Cu alaşımın 538 °C'de sinter süresine bağlı yoğunluk değişimi	79
Şekil 6.23.	538 °C'de sinterlenmiş Al4Cu numuneye ait mikroyapı görüntüleri	81
Şekil 6.24.	0,5 saat sinterlenen Al4Cu numunesinin mikroyapı görüntüsü	81
Şekil 6.25.	538 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut dağılımı grafiği	
	(kümülâtif)	82
Şekil 6.26.	538 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut dağılımı grafiği	82
Şekil 6.27.	538 °C'de 0,5 saat sinterlenen Al4Cu numuneye ait SEM görüntüsü	83
Şekil 6.28.	538 °C'de 0,5 saat sinterlenen numuneye ait mikroyapı EDX analizi	
	yapılan noktalar	84
Şekil 6.29.	538 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımına ait SEM görüntüleri	85
Şekil 6.30.	538 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu numunenin SEM görüntüsü ve EDS	•
	analizi yapılan noktalar	85
Şekil 6.31.	538 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu numunenin çizgi analizi	87
Şekil 6.32.	538 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu numunesinin XRD analizi	88
Şekil 6.33.	538 °C de sinterlenen numunelerin sertlik ve eğme dayanımı değerleri	89
Şekil 6.34.	570 °C'de yapılan sinter işlemine ait sıcaklık zaman grafiği	90
Şekil 6.35.	570 °C'de sinterlenen Al4Cu alaşımının yoğunluk değerleri	90
Şekil 6.36.	570 °C'de sinterlenmiş Al4Cu numuneye ait mikroyapı görüntüleri	92
Şekil 6.37.	570 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının mikroyapı görüntüsü	93
Şekil 6.38.	570 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut grafiği (kümülatif)	94
Şekil 6.39.	570 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut dağılımı grafiği	94
Şekil 6.40.	570 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımı SEM görüntüsü	96
Şekil 6.41.	570 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımı üzerinde EDS analizi yapıla	n
	noktalar	97
Şekil 6.42.	570 °C'de 2 saat sinterlenen numuneye ait XRD grafiği	98
Şekil 6.43.	570 °C'de sinterlenen numunelerin eğme dayanımı ve sertlik değerleri	99
Şekil 6.44.	600 °C'de yapılan sinter işlemine ait sıcaklık zaman grafiği 1	00

Şekil 6.45.	600 °C'de sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri	101
Şekil 6.46.	600 °C'de sinterlenmiş Al4Cu numuneye ait mikroyapı görüntüleri	102
Şekil 6.47.	Al4Cu alaşımının 600 °C'de sinter süresine bağlı tane boyut değerleri	
	(kümülâtif)	103
Şekil 6.48.	Al4Cu alaşımının 600 °C'de sinter süresine bağlı tane boyut değerleri	104
Şekil 6.49.	600 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının SEM görüntüsü	105
Şekil 6.50.	600 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının SEM görüntüsü ve El	DS
	analizi yapılan noktalar	106
Şekil 6.51.	600 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımının elementel haritalama	
	görüntüsü	107
Şekil 6.52.	600 °C'de 2 saat sinterlenen numuneye ait XRD grafiği	108
Şekil 6.53.	600 °C'de sinterlenen numunelerin eğme dayanımı ve sertlik değerleri	109
Şekil 6.54.	Sinter süresi ve sıcaklığına bağlı % yoğunluk değişimi	110
Şekil 6.55.	2 saat sinterlenen Al4Cu numunesinin sinter sıcaklığına bağlı olarak	
	tespit edilen fazlar	111
Şekil 6.56.	Al4Cu alaşımının sinter süresi ve sıcaklığına bağlı eğme dayanımı	
	değerleri	111
Şekil 6.57.	AlCu0.5Mg alaşımının DSC grafiği	113
Şekil 6.58.	Al-Mg faz diyagramı	114
Şekil 6.59.	Al-Cu-Mg üçlü diyagramının alüminyumca zengin kısmının Al4Cu	
	alaşımı izopleti.	114
Şekil 6.60.	Al4Cu0.5Mg alaşımı dilatometre eğrisi	116
Şekil 6.61.	Al-Cu-Mg katılaşma diyagramı	117
Şekil 6.62.	Al4Cu0.5Mg alaşımının sinterlenmesinde kullanılan sıcaklık zaman	
	grafiği	118
Şekil 6.63.	594 C'de sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının sinter sonrası yoğunluk	
	değerleri	118
Şekil 6.64.	2 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımı	119
Şekil 6.65.	Sinterlenmiş Al4Cu0.5 Mg alaşımı	121
Şekil 6.66.	Al4Cu0.5Mg alaşımının farklı sinter sürelerinde sinterlenmesi sonucu	
	oluşan tane boyut değerleri	122
Şekil 6.67.	0,5 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının SEM görüntüsü	123

Şekil 6.68.	Al4Cu0.5Mg alaşımının yarım saat sinter sonrası elementel haritalama	ì
	görüntüsü	124
Şekil 6.69.	2 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının SEM görüntüsü	125
Şekil 6.70.	2 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımı elementel haritalama görüntü	üsü
		126
Şekil 6.71.	8 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımın SEM görüntüsü	127
Şekil 6.72.	8 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımı SEM görüntüsü	128
Şekil 6.73.	8 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımın elementel harita analizi	129
Şekil 6.74.	Al4Cu0.5Mg alaşımına ait sinter süresine bağlı XRD grafiği	130
Şekil 6.75.	Al4Cu0.5Mg alaşımının zamana bağlı eğme dayanımı ve sertlik değiş	imi
		132
Şekil 6.76.	Al4Cu1Mg alaşımına ait DSC grafiği	134
Şekil 6.75.	Al4Cu1Mg alaşımına ait dilatometre eğrisi	135
Şekil 6.76.	Al4Cu1Mg alaşımın sinterlenmesinde kullanılan sıcaklık-zaman grafi	ği
		136
Şekil 6.77.	Al4Cu1Mg alaşımına ait sinter süresine bağlı yoğunluk grafiği	136
Şekil 6.78.	590 °C'de sinterlenmiş Al4Cu1Mg alaşımı	137
Şekil 6.79.	Al4Cu1Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut grafiği	139
Şekil 6.80.	0,5 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü	140
Şekil 6.81.	2 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü	141
Şekil 6.82.	2 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımı elementel haritalama analizi	142
Şekil 6.83.	Al4Cu1Mg alaşımının farklı sinter ürelerinde XRD analiz grafiği	143
Şekil 6.84.	Al4Cu1Mg alaşımının eğme dayanımı ve sertlik değerleri	145
Şekil 6.85.	Al4Cu2Mg alaşımının DSC analizi grafiği	146
Şekil 6.86.	Al4Cu2Mg alaşımının dilatometre grafiği	147
Şekil 6.87.	Al4Cu2Mg alaşımın sinterlenmesinde kullanılan sıcaklık-zaman grafi	ği
		147
Şekil 6.88.	Al4Cu2Mg alaşımının sinter süresine bağlı yoğunluk grafiği	148
Şekil 6.89.	2 saat sinterlenmiş Al4Cu2Mg alaşımının 2 saat sinterleme sonucu olu	ışan
	mikroyapı görüntüsü	149
Şekil 6.90.	Sinterlenmiş Al4Cu2Mg alaşımı	150
Şekil 6.91.	Al4Cu2Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut grafiği	151
Şekil 6.92.	Al4Cu2Mg alaşımının 2 saat sinterleme sonrası SEM görüntüsü	152

Şekil 6.93. Al4Cu2Mg alaşımının 575 °C'de 2 saat sinter sonucu oluşan SEM
görüntüsü ve SEM analizi yapılan noktalar153
Şekil 6.94. Al4Cu2Mg alaşımının 8 saatlik sinterleme sonucu mikroyapısı 154
Şekil 6.95. Al4Cu2Mg numunesinin XRD analizleri
Şekil 6.96. Al4Cu2Mg numunesinin eğme dayanımı ve sertlik değerleri 156
Şekil 6.97. Üretilen alaşımların sertlik değerleri 157
Şekil 6.98. Üretilen alaşımların eğme dayanımı değerleri 158
Şekil 6.99. Al4Cu alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık zaman grafiği 159
Şekil 6.100. Al4Cu alaşımın ısıl işlem sonucu oluşan mikroyapı görüntüsü 161
Şekil 6.101. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu alaşımı mikroyapısı 161
Şekil 6.102. Çözeltiye alınmış Al4Cu numunesinin SEM görüntüsü 162
Şekil 6.103. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu alaşımı SEM görüntüsü 163
Şekil 6.104. 48 saat yaşlandırılmış numuneye ait SEM görüntüsü 164
Şekil 6.105. Al4Cu alaşımının yaşlandırma şartlarına bağlı dayanım grafiği 165
Şekil 6.106. Al4Cu alaşımın yaşlanma süresine bağlı XRD grafiği 166
Şekil 6.107. Al4Cu0.5Mg alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği
Şekil 6.108. Al4Cu0.5Mg alaşımının ısıl işlem süresine bağlı mikroyapı görüntüsü
Şekil 6.109. 24 saat yaşlandırılmış alaşımın optik mikroyapı görüntüsü 168
Şekil 6.110. 12 saat yaşlandırılmış numuneye ait SEM görüntüsü 168
Şekil 6.111. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu0.5Mg alaşımına ait EDS haritalama
görüntüleri169
Şekil 6.112. Al4Cu0.5Mg alaşımına ait yaşlandırma şartlarına bağlı dayanım grafiği
Şekil 6.113. Al4Cu0.5Mg alaşımının yaşlandırma süresine bağlı XRD grafiği 171
Şekil 6.114. Al4Cu1Mg alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği
Şekil 6.115. Al4Cu1Mg alaşımının ısıl işlem süresine bağlı mikroyapı görüntüsü 173
Şekil 6.116. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı mikroyapısı 173
Şekil 6.117. 12 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü 174
Şekil 6.118. 24 saat yaşlandırılan Al4Cu1Mg alaşımı elementel haritalama görüntüsü

Şekil 6.119. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı çizgi analizi 1	76
Şekil 6.120. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı SEM görüntüsü ve EDS	
analizi yapılan noktalar1	77
Şekil 6.121. Al4Cu1Mg alaşımına ait yaşlandırma şartlarına bağlı dayanım grafiği	
	78
Şekil 6.122. Al4Cu1Mg alaşımının yaşlandırma süresine bağlı XRD grafiği 1	79
Şekil 6.123. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımın kırık yüzey görüntüsü1	80
Şekil 6.124. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı kırık yüzey görüntüsü 1	81
Şekil 6.125. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı kırık yüzey görüntüsü 1	82
Şekil 6.126. Al4Cu2Mg alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği	
	83
Şekil 6.127. Al4Cu2Mg alaşımının ısıl işlem süresine bağlı mikroyapı görüntüsü. 1	84
Şekil 6.128. Çözeltiye alınmış Al4Cu2Mg alaşımı SEM görüntüsü 1	85
Şekil 6.129. 6 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı SEM görüntüsü 1	86
Şekil 6.130. 12 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı elementel haritalama	
görüntüsü1	87
Şekil 6.131. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı elementel haritalama	
görüntüsü1	88
Şekil 6.132. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı SEM görüntüsü 1	88
Şekil 6.133. 48 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımının SEM görüntüsü 1	89
Şekil 6.134. Al4Cu2Mg alaşımının mekanik özelliklerinin yaşlandırma süresine baş	ğlı
değişimi1	90
Şekil 6.135 Al4Cu2Mg alaşımının yaşlandırma süresine bağlı XRD grafiği 1	91
Şekil 6.136. Üretilen alaşımların yaşlandırma süresine bağlı ortalama sertlik değerle	eri
	92
Şekil 6.137 Üretilen alaşımların yaşlandırma süresine bağlı ortalama eğme dayanın	11
değerleri1	92

# TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 3.1. Alüminyum alaşımlarının sınıflandırılması.	
Tablo 5.2. Alüminyum alaşımlarına uygulanan ısıl işlem kısaltmaları	
Tablo 3.3. Bazı ticari Al-Cu-Mg alaşımlarının kimyasal bileşimleri	
Tablo 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan tozlara ait bilgiler	
Tablo 5.2. Üretilen alaşımların kimyasal kompozisyonları	
Tablo 5.3. Kullanılan alaşımların teorik yoğunlukları	
Tablo 6.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan alüminyum tozlarının özellikleri	
Tablo 6.2 Alüminyum tozlarına ait EDS analizi sonuçları	
Tablo 6.3. Deneysel çalışmalarda kullanılan bakır tozlarının özellikleri	59
Tablo 6.4. Bakır tozlarına ait EDS analizi sonuçları	60
Tablo 6.4. Magnezyum tozlarına ait EDS analizi sonuçları	
Tablo 6.5. 538 °C'de sinterlenen numuneye ait tane boyutu değerleri	
Tablo 6.6. Şekil 6.28'de belirtilen noktalara yapılan EDX analizi sonuçları	
Tablo 6.7. Şekil 6.30'da belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	
Tablo 6.8. 570 °C'de sinterlenen numuneye ait tane boyutu değerleri	95
Tablo 6.9. Şekil 6.41'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	
Tablo 6.10. 600 °C'de sinterlenen numuneye ait tane boyutu değerleri	103
Tablo 6.11. Şekil 6.50'de belirtilen noktaların analiz sonuçları	106
Tablo 6.12. Al4Cu0.5Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut değerleri	122
Tablo 6.13.Şekil 6.67'de belirtilen noktaların EDS analiz sonuçları	123
Tablo 6.14. Şekil 6.72'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	128
Tablo 6.15. Al4Cu1Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut değerleri	138
Tablo 6.16. Şekil 6.80'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	140
Tablo 6.17. Şekil 6.81'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	141
Tablo 6.18. Al4Cu2Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut değerleri	151
Tablo 6.19. Şekil 6.93'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	153
Tablo 6.20. Şekil 6.94'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları	154

Tablo 6.21. Şekil 6.102'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.22. Şekil 6.103'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.23. Şekil 6.104'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları 164
Tablo 6.24. Şekil 6.110'da belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları
Tablo 6.25. Şekil 6.117'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları
Tablo 6.25. Şekil 6.120'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları
Tablo 6.26. Şekil 6.123'de belirtilen noktaların EDS analiz sonuçları
Tablo 6.27. Şekil 6.124'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.28. Şekil 6.125'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.29. Şekil 6.128'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.30. Şekil 6.129'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.31. Şekil 6.132'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları
Tablo 6.32. Şekil 6.133'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

## ÖZET

## Anahtar Kelimeler: Toz Metalurjisi, Alüminyum Alaşımları, Mikroalaşımlama, Yaşlandırma

Alüminyum alaşımları düşük özgül ağırlık, yüksek korozyon dayanımı, geri dönüşüme uygun olması gibi özelliklerinden dolayı günümüzde en çok tercih edilen mühendislik malzemelerindendir. Alüminyum alaşımlarının yapısal uygulamalarda yaygın kullanılan malzeme olan çeliğe göre daha düşük dayanım göstermesi, bu malzemelerin kullanım alanlarını kısıtlamaktadır. Bu tez çalışmasının amacı, Toz metalurjisi (TM) yöntemlerinin avantajlarını kullanarak, yüksek dayanımlı alternatif alüminyum alaşımlarının üretilebilir olduğunu göstermektir. TM esnek ve hassas kompozisyon tasarımına imkân sağlaması, seri üretime uygunluk, düşük enerji gereksinimi, karmaşık parçaların üretilebilirliği ve hammaddenin büyük kısmının ürüne dönüşebilmesi gibi nedenlerle günden güne daha fazla kullanım alanı bulan bir parça imal yöntemidir. Literatürde TM yöntemi ile alüminyum esaslı alaşım geliştirme çalışmalarında çoğunlukla ön-alaşımlı olarak tabir edilen bir ana alaşım hazırlanmakta ve bu yapı atomize edilerek toz haline getirilmektedir. Daha sonra bu tozlar TM alanında farklı uygulamalarda kullanılmaktadır. Ön alaşımlı tozlarla çalışılması, diğer bazı olumsuzluklarla birlikte sertliklerinin elementel tozlara kıyasla yüksek olması nedeniyle, kalıp aşınmasını hızlandırmakta ve buna bağlı olarak da büyük maliyet gerektiren kalıpların kullanım ömürlerini azaltmaktadır.

Bu çalışmada ise elementel tozlar kullanılarak hem kalıp kullanım ömrünün uzatılması ve hem de istenilen bileşimde yüksek mukavemetli alaşımların geliştirilmesi hedeflenmiştir. Bu amaçla geliştirilen alaşımlara ağırlıkça % 0,5 veya daha düşük oranlarda mikro düzeyde veya % 1`in üzerinde makro düzeyde saf elementel tozlar ilave edilmiş ve ısıl işlem uygulanmak suretiyle dayanım artışı sağlanmıştır. Bu kapsamda çalışmada Al4Cu, Al4Cu0.5Mg, Al4Cu1Mg ve Al4Cu2Mg olmak üzere dört farklı alaşım üretilmiştir. Üretilen alaşımların tamamı ağırlıkça % 4 bakır içermekte olup % 0 ila 2 oranında magnezyum ilave edilen kompozisyonların mikroyapı ve mekanik özelliklere etkileri araştırılmıştır. Üretilen tüm alaşımlar sıkıştırılabilme özellikleri açısından incelenmiş ve en uygun şekillendirme basıncı 400 MPa olarak tespit edilmiştir. Alaşımlara uygulanan ısıl analizlerle her bir alaşımın sinterleme rejimleri hassas olarak belirlenmiş ve sinterlenme esnasındaki boyutsal değişimler tespit edilmiştir. İsıl analizler sonucu magnezyum miktarındaki artışa paralel olarak ötektik fazın oluşma sıcaklığında düşme ve buna bağlı kompaktın genleşme miktarında ise artış gözlemlenmiştir. Numunelere farklı sürelerde azot atmosferi altında yapılan sinter işlemleri sonucunda en yüksek dayanıma 2 saatlik sinter sonrasında ulaşılmıştır. En yüksek sertlik değeri 93 HB ile Al4Cu2Mg alaşımının 2 saat sinterlenmesi ile elde edilirken en yüksek eğme dayanımına 460 MPa ile Al4Cu1Mg alaşımının 2 saat sinterlenmesiyle ulaşılmıştır. Sinter sonrası gerçekleştirilen faz analizlerinde yapının ana fazlar olarak  $\alpha$  (Al),  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) ve  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) oluştuğu tespit edilmiştir. Safsızlık olarak hammaddeden gelen demirin sistemde iğnemsi formda ve çözünemeyen kararlı (Al<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) fazını oluşturduğu tespit edilmiştir. Sonrasında, üretilen alaşımlara katı çözelti sertleşmesi ısıl işlemi (T51) uygulanmış ve böylelikle Al4Cu2Mg alaşımı için sertlikte % 37 artışla 124 HB ve Al4Cu1Mg alaşımı için ise eğme dayanımında % 39 artışla 590 MPa`a ulaşmıştır.

Sonuç olarak mevcut çalışma kapsamında TM tekniği ile elementel tozlarla başlanılarak yüksek dayanım gösteren alüminyum alaşımlarının üretilebilir olduğu gösterilmiştir.

## IMPROVING MECHANICAL PROPERTIES of AI-Cu POWDER METALLURGY ALLOY

### SUMMARY

### Key Words: Powder Metallurgy, Aluminium Alloys, Microalloying, Ageing

Aluminium alloys are one of the most attractive materials due to their low density, high corrosion resistance and recyclability. Although steel has been dominant material used in the structural applications, aluminium alloys ideal candidate materials to replace steel in the structural applications. However due to its low strength, it is limited to use aluminium alloys for structural applications. Therefore the principal aim of this work is to develop an alternative way to produce high strength aluminium alloys using Powder Metallurgy (PM) technique. PM method has grown its marketplace day by day because of its advantages such as allowing precise and flexible compositional design, giving high production efficiency and low energy consumption, suitability in producing of complex shape parts. It is possible to see some works in the literature about the development of aluminium alloys via PM, however most of those works based on using pre-alloyed powders which are atomised form of liquid solution of an alloy system. Using pre-alloyed powders however have some disadvantages over elemental powder blends such as it lowers compact densities, shortens die life and limits the alloy design. Die cost comprises major part of the expenses in PM process and pre-alloyed powders reduce die life due to their relatively high hardness.

In this work, it was aimed to develop high strength aluminium alloys with desired chemical composition by using elemental powders. For this purpose, micro (< 0,5 wt.%) or macro (> 1 wt.%) level additions of elemental powders were put into the developed alloys and heat treatments were applied afterwards. Therefore, 4 different types of Al-Cu based alloys were produced (i.e., Al4Cu, Al4Cu0.5Mg, Al4Cu1Mg and Al4Cu2Mg). All of the investigated alloys include 4 % wt. copper (Al4Cu) and various amounts of magnesium (0 - 2 wt. %) added to the main composition to investigate the microstructural and mechanical effects in relation to magnesium variation. Optimum compaction pressure for produced alloys was determined as 400 MPa after compressibility tests. Sintering temperatures and expansion-shrinkage behaviour of the alloys were determined by thermal analysis using instruments of such as, DSC and dilatometry. According to the results of thermal analysis, an increase in magnesium amount causes a decrease on the formation temperature of the eutectic and therefore resulting in an increase in the percentage of swelling of the compact. The maximum transverse rupture strength of the alloys obtained after 2 hours sintering under nitrogen atmosphere. Al4Cu2Mg alloy, sintered for 2 hours, showed maximum hardness of 93 HB and Al4Cu1Mg alloy sintered for 2 hours gave maximum transverse rupture strength of 460 MPa. Based on the results gained from the phase analysis,  $\alpha$  (Al),  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) and  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) are the main phases found on the microstructures. It is concluded that iron, is a major impurity for aluminium and copper powders, formed insoluble needle like intermetallic  $\omega$  phase during sintering. Produced alloys subjected to solid solution strengthening heat treatment (T51) that gave 37 % increase in hardness (124 HB) for Al4Cu2Mg and 39 % increase in rupture strength (590 MPa) for Al4Cu1Mg alloy. As a result of this study, it was shown that, it is possible to produce high strength aluminium alloys via PM method starting from elemental powders.

# **BÖLÜM 1. GİRİŞ**

Toz metalurjisi (TM) ile üretim son yıllarda diğer üretim yöntemlerine kıyasla daha çok ilgi çeken imal usullerinden biridir. TM süreci kısaca metal veya seramik parçacıklarını bir kalıpta şekillendirme sonrasında ise ergime derecesinin altındaki bir sıcaklığa çıkarmak suretiyle (Şekil 1.1) pişirilmesi işlemi olarak tanımlansa da yöntem gerçekte oldukça karmaşık olup süreci etkileyen çok sayıda parametre bulunmaktadır. TM'nin tarihte ilk olarak kullanımı M.Ö. 3000'li yıllarda Mısırlılara kadar uzanmaktadır [1]. Tarihte seramikler, mineraller, un, tuz, seker ve tahıl gibi birçok parçacıklı malzemenin pişirme yöntemiyle kullanımına rastlansa da mühendislik malzemesi alanında sinterlemenin gelişmesi 1900'lu yılların ikinci yarısında gerçekleşmiştir [2]. Sinterleme ve pişirme eş anlamlı kelimeler olup teknolojik ve bilimsel anlatımlarda daha çok sinterleme terimi tercih edilmektedir. Tarih öncesi çağlarda metali ergitmek için gerekli sıcaklıklara çıkılamadığından öncelikli üretim yöntemi olan toz metalurjisi ilerleyen çağlarda döküm teknolojisinin gelişmesiyle çok tercih edilmeyen bir yöntem olarak kalmıştır. Toz metalurjisi yönteminin gelisiminde en önemli dönüm noktası tungsten tozlarının sinterlenmesiyle lamba flamanı üretilmesidir. Çok yüksek ergime noktasına sahip olan tungsten alaşımlarının diğer üretim yöntemleriyle üretiminin zor olması, 1900'lu yılların teknolojisi içinde TM'ni ön plana çıkarmıştır [3].



Şekil 1.1. Toz metalurjisi sürecinin kısa şeması

TM yöntemi çok sayıda parça üretimi (>1000/yıl) hedeflendiğinde maliyet açısından diğer yöntemlere göre üstünlükler göstermektedir (Şekil 1.2). Örneğin döküm yöntemiyle üretimde hammaddenin ancak % 90'ı ürüne dönüşürken bu oran TM'de % 95'dir. Talaşlı üretimde ise verimlilik en düşük seviyede olup hammaddenin ancak % 50'si ürüne dönüşebilmektedir. Enerji kullanımında ise tam tersi olarak en düşük enerjiye TM işleminde ihtiyaç duyulmaktadır. Bu yöntemle 1 kg ürün elde etmek için gerekli enerji miktarı talaşlı üretimde 1 kg parça üretmek için gereken enerjinin % 25'i kadardır [4]. Toz metalurjisi yönteminde genellikle sinter sonrası yüzey işlemine ihtiyaç duyulmaması bu yöntemi gerek enerji ve gerekse hammaddenin kullanımı açısından diğer yöntemlere kıyasla daha verimli kılmaktadır.



Şekil 1.2. İmal usullerinin hammadde kullanımı verimliliği ve enerji kullanımı grafiği

İmal usulü olarak TM'nin seçilmesinin tek avantajı maliyet değildir. TM işleminde karmaşık şekilli parça üretimi de diğer yöntemlere nispeten daha kolaydır [5,6]. Özellikle toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile diğer imal usulleri ile üretimi mümkün olmayan pek çok parça üretilebilmektedir [4]. Metalik malzemelerin birçoğunun TM yöntemi ile üretimi mümkündür. Alaşım elementlerinin miktarının seçiminde sınırlama olmadığı için hassas mikroyapı kontrolü mümkün olabilmektedir. WC-Co gibi bazı sert ve ergime derecesi yüksek malzemelerin üretilebilmesi içinse tek yöntem TM tekniğidir. Gözenekli malzemeler ve filtre malzemelerinin üretiminde de en çok kullanılan yöntemlerden birisi TM`dir [7-10].

Atomizasyon yönteminin doğal sonucu olarak hızlı katılaşmış parçacıklarla üretim yapılmasından dolayı TM ile üretilen alaşımların ortalama tane boyutu değerleri diğer üretim yöntemlerine göre daha küçüktür [11]. TM yönteminde alaşım üretimi diğer yöntemlere göre çok daha geniştir. Ergime sıcaklığı arasında büyük farklılık olan metaller bile kolaylıkla alaşım haline getirilebilmektedir. TM yöntemi kompozit malzeme üretiminde de çoğunlukla tercih edilen bir yoldur [12-15]. Tüm bu avantajlarına ek olarak TM süreci seri üretime uygundur.

Alüminyum alaşımları günümüzün en çok kullanılan mühendislik malzemelerindendir. Alüminyum alaşımlarını iyi birer mühendislik malzemesi olarak değerlendirilmesini sağlayan özellikleri, düşük yoğunluğu (2,7 gr/cm<sup>3</sup>), yoğunluk değerine göre yüksek mekanik özellikleri (Şekil 1.3), yüksek korozyon dayanımı ve yüksek elektriksel iletkenliğidir. Alüminyum manyetik olmaması sebebiyle özellikle manyetizmaya hassas elektronik cihaz parçaları yapımında da ideal bir malzemedir. Bu özelliklerinin yanısıra yüksek ısı iletkenliği, yanıcı ve parlayıcı olmaması, kolay işlenebilir olması ve kolay geri dönüşüm gibi özellikleri nedeniyle de alüminyum diğer mühendislik malzemelerine kıyasla daha fazla tercih edilmektedir [16-18].



Şekil 1.3. Bazı malzemelerin dayanım/ağırlık oranları [19]

Alüminyum bir mühendislik malzemesi olarak eşsiz özellikler sunmasına rağmen TM sektörünün bu malzemeye ilgi duyması ancak 1940'lı yıllarda olmuştur. Bunun sebebi alüminyum tozlarının, kalıp duvarına sıvanması, kalıba soğuk kaynakla birleşmesi ve düşük seviyedeki akış özelliğinin dönemin teknolojisi ile çözüm üretilemeyen hususlardan olmasıdır [20].

TM sektörünün en büyük müşterisi otomotiv imalat sektörüdür [21-27]. TM sektöründe üretilen ürünlerin % 75-80'i otomotiv sektörü tarafından kullanılmaktadır. Diferansiyel ve motor parçalarında toz metal parçalar büyük oranda kullanılırken, malzeme olarak en çok demir esaslı alaşımlar tercih edilmektedir. Ekzantrik mili yatağı gibi birkaç parçanın üretiminde ise tozmetal alüminyum alaşımları büyük oranda tercih edilmektedir [28].

Otomotiv sektöründe üzerinde araştırma yapılan konulardan birisi de araç ağırlığının düşürülmesi ve dolayısıyla yakıt tüketiminde azalmanın sağlanmasıdır (Şekil 1.4) [29-36]. Gelişen teknoloji ile birlikte geliştirilen yeni malzemeler otomotiv sektörünün ilgisini çekmektedir. Özellikle alüminyum alaşımları daha düşük ağırlığa sahip araç üretmek için iyi bir aday malzeme konumundadır [31,32,35,37-44]. Hesaplamalara göre binek araçlarda, araç ağırlığındaki 100 kg'lık bir azalma 100 km'lik yakıt sarfiyatında 0,3 litrelik bir azalmaya, CO<sub>2</sub> salınımında ise 7,5 ila 12,5 gramlık bir düşmeye sebep olmaktadır [42].



Şekil 1.4. Bir araç ağırlığında 100 kg'lık bir düşme ile 100 km'de elde edilen enerji tasarrufu [45]

Günümüzde ortalama binek aracın yakıt tüketimi 11,2 lt/100 km iken bu değerin 2035 yılında 5,6 lt/100 km olması hedeflenmektedir (Şekil 1.5) [46]. Yakıt tüketimini azaltmanın en iyi yöntemi araç ağırlığının düşürülmesidir. Araç ağırlığının azaltılması için alternatif malzeme olarak alüminyum kullanımının yıldan yıla artacağı düşünülmektedir [21]. Yapılan öngörülere göre orta sınıf bir binek araçta kullanılan alüminyum miktarı 2006 yılında 142 kg iken 2035 yılında 325 kg olacaktır (Şekil 1.6) [46].



Şekil 1.5. Yakıt tüketimi değerlerinin tarihsel gelişimi



Şekil 1.6. Ortalama binek araçta kullanılan malzeme türleri

Bu tez çalışmasında alüminyum alaşımlarının (2000 serisi için) yukarıda belirtilen avantajlarından dolayı gelenekesel TM yöntemiyle üretilebilirliği ve çeşitli dayanım artırıcı mekanizmalarla yapısal uygulamalarda kullanılabilecek yüksek dayanımlı alaşımların geliştirilmesi amaçlanmıştır. Her ne kadar önalaşımlı (prealloy) olarak bilinen alüminyum tozları endüstriyel uygulamalarda kullanılsa da bu çalışmada elementel halde iken temin edilip alaşım haline getirilmiş tozlar kullanılarak, TM süreçlerinin en büyük maliyetlerinden birisi olan kalıp aşınmasının minimize edilmesi amaçlanmıştır [47]. Elementel tozların tercih edilmesinin bir diğer sebebi önalasımlı formdaki tozların yerli teknoloji ile üretilmiyor olması ve yurt dısından tedarik edilmesidir. Önalaşımlı tozlarda muhtelif miktarlarda bulunan bağlayıcı yüzünden oluşacak sinter sonrası gözenekliliğin elementel tozlar kullanılarak düşürülmesi, elementel tozlarla çalışılmasının başka bir sebebidir. Yine elementel tozların daha düşük basınçlarla daha yoğun hale getirilebilmesi özelliğinden dolayı yüksek sinter sonrası yoğunluğa ulaşılması amaçlanmıştır. Ayrıca elementel tozların kullanılmasının bir diğer nedeni çalışmada geliştirilen alaşımların kompoziyonunun belirlenmesinde, önalaşımlı tozlara nispeten, herhangi bir limit olmadan element seçme özgürlüğü de sunuyor olmasıdır.

Çalışmanın raporlandığı bu tez 7 bölümden oluşmaktadır. Giriş bölümünde TM yöntemi, alüminyum alaşımlarının avantajları ve çalışmanın amacı hakkında bilgiler verilmiştir. İkinci bölümde TM süreçleri hakkında bilgiler verilmiştir. Bölüm 3'de alüminyum alaşımları ve özelliklerine değinilmiştir. Dördüncü bölümde alüminyum alaşımlarının TM süreci ile üretimine yönelik literatürde yapılan çalışmalar özetlenmiştir. Bölüm 5'de kullanılan hammadde ve deneysel çalışmaların detayları yer almaktadır. Bölüm 6'da ise deneysel çalışmalardan elde eldilen sonuçlar ve bu sonuçların literatürdeki çalışmalarla kıyaslanarak sebepleri incelenmiştir. Son bölümde (Bölüm 7) çalışmanın genel sonuçları verilmiş ve konuyla ilgili araştırma yapacaklara önerilerde bulunulmuştur.

# **BÖLÜM 2. TOZ METALURJİSİ**

Toz metalurjisinde (TM), metal tozları, presleme veya şekillendirme ile biraraya getirilmekte, şekillendirme esnasında veya şekillendirme sonrasında sıkı bir şekilde paketlenmiş bu tozlar ısı etkisi ile katı ve rijit bir parçaya dönüştürülmektedir [48]. TM süreçleri parçacıkların üretimini, bunların özelliklerinin kontrolünü, istenilen şekillere sıkıştırılmasını ve belli sıcaklığa ısıtılıp aralarında bağ kurulmasını kapsar. Şekillendirme aşamasında kullanılan kalıp boşluğu defalarca kullanıldığı için, aynı parçadan çok sayıda üretilmesi mümkündür. Dolayısıyla her parça takım, mühendislik ve tezgah maliyetlerini paylaştığı için, parça başına düşen üretim maliyeti de düşmektedir [49].

TM üretim süreci 6 basamakta incelenebilir (Şekil 2.1). Bunlar;

- Toz üretimi,
- Tozların katı bir gövde oluşturmak üzere sıkıştırılarak şekillendirilmesi,
- Şekillendirilen katı gövdenin sinterlenmesi,
- Gerekli durumlarda sinter sonrası işlem (talaş kaldırma, ısıl işlem, soğuk deformasyon vs.) ve
- Gerekli durumlarda son işlem (yağ emdirme, buharlama işlemi, reçine emdirme vs.)

olarak sıralanabilir.

Çalışmanın bu aşamasında TM üretim süreçleri hakkında bilgi verilmekte ve üretim süreçlerinin üretilen malzeme üzerindeki etkileri irdelenmektetir.



Şekil 2.1. Toz metalurjisi işlem basamakları

### 2.1. Toz Üretimi

Bir tozun üretim yöntemi, o tozun boyut ve şekil gibi özelliklerini doğrudan etkiler. Yeryüzündeki birçok malzeme toz haline getirilebilir fakat malzemelerin toz haline getirilmesinde seçilen yöntem, malzemenin kullanılacağı alana, dolayısıyla istenen özelliklere bağlıdır. Bu süreçte maliyet ve üretim esnasında oluşan kimyasal tepkimelerde (oksidasyon ve yanma gibi) diğer etkili faktörlerdendir. Toz üretiminde kullanılan ana yöntemler olarak, mekanik öğütme, kimyasal tepkime, elektrolitik biriktirme, atomizasyon ve buhar yoğuşturma sayılabilir. Kullanılacak toz üretim yönteminin seçilmesi ekonomikliğine, elde edilen tozların özelliklerine ve bu tozların kullanım yeri ihtiyaçlarını ne oranda karşılayabildiğine bağlıdır [49]. Üretilen tozun şeklinin nihai ürüne büyük oranda etkisi vardır ve toz şeklini belirleyen en önemli etken tozun üretim yöntemidir. Endüstriyel uygulamalarda en çok karşılaşılan toz şekilleri Şekil 2.2'de verilmiştir.



Şekil 2.2. Endüstriyel uygulamalarda görülen toz morfolojileri [50]

### 2.1.1. Mekanik üretim yöntemleri

Mekanik üretim yöntemleri genel olarak öğütülecek malzemenin katı halde kaldığı yöntemlerdir. Öğütme bilinen en eski toz üretim yöntemidir. Özellikle seramik ve çimento endüstrisine ve gevrek malzemelerden toz üretiminde sıklıkla kullanılmaktadır. Bununla beraber metal tozu üretiminde kullanımı metalik malzemelerin plastisitesinin fazla olmasından dolayı kısıtlıdır. Mekanik öğütmede öncelikle çatlaklar oluşur, çatlak oluşumunu kırılma ve yeni yüzeylerin oluşumu takip eder. Üretilebilecek minimum parçacık boyutu mekanik öğütme sürecine olduğu kadar malzemenin türüne de bağlıdır [51]. Mekanik üretim yöntemleri 4 gruba ayrılabilir. Bunlar;

- Darbe ile toz haline getirme
- Öğütme ile üretim
- Kırpma ile üretim
- Ezme, ufalama ile üretim olarak sınıflandırılabilir.

Darbe veya vurma ile toz haline getirme işlemi büyük parçaların toz haline getirilmesinde hızlı bir yöntemdir fakat bu yöntemle üretilen tozların toz boyut dağılım aralığını belirlemek zordur. Kırpma ile üretim, bir kesici uç yardımıyla bir dökme parçadan talaş üretim işlemidir. Basma, ezme veya ufalama ile toz üretimi ise daha çok gıda sektöründe kullanılmaktadır [52].

#### 2.1.1.1. Kırpma ile üretim

Bu yöntem genel olarak haddelenmiş malzemelerin talaşlı üretiminden ortaya çıkan düzensiz şekilli iri tozların TM süreçlerinde kullanımını kapsar. Bu yöntemin en büyük avantajı atıl durumdaki talaşların kullanımı olsa da hava ve işleme sıvılarının parçacıklarda kirlilik yaratması bir dezavantajdır. Genellikle talaşların boyutu daha da küçültülmek amacıyla öğütme işlemine tabi tutulur. Bazı polimerler ve sert metal tozları genelde bu yöntemle üretilir. Verimsiz ve yavaş bir yöntemdir [49].

### 2.1.1.2. Darbe ile toz haline getirme

Gevrek malzemeler için kullanılabilecek bir yöntemdir. Çeneli kırıcılar ile üretilebilecek toz boyutu 1 mm ile sınırlanmış olsa da, parçacıkları bir hedefe çarptırma yöntemi ile 10  $\mu$ m'ye kadar tozlar üretilebilir. Üretilen parçacıklar düzensiz şekillidir. Teknik genel olarak alevle püskürtme tozlarının ve paslanmaz çelik tozlarının üretiminde kullanılan bir yöntemdir. Yöntemin iki farklı yönden gelen tozların birbiri ile çarpıştırılarak boyutlarının küçültülmesini sağlayan varyasyonları da bulunmakta olup kontaminasyon (bulaşma) miktarını azalttığı için tercih edilmektedir.

### 2.1.1.3. Ezme, ufalama ile üretim

Bu yöntem gevrek malzemelerin basınç altında daha küçük parçalar haline getirilmesi işlemidir. Halkalı değirmenle (Şekil 2.3-a) üretim, merdaneli öğütme (Şekil 2.3-b) bu işlemlere örnek olarak gösterilebilir. Bu yöntemle elde edilen tozların boyutu 5 µm ile 200 µm arasında değişmektedir [51]. Halkalı değirmenle üretim laboratuvar ölçekli üretim için uygundur. Bu yöntemde iç içe geçmiş halkalar arasına konan külçe malzeme bu hareketlerin farklı dikey eksende meydana gelmesi ile ezilir ve ufak boyutlara getirilir [53]. Üretilen tozlar ise düzensiz şekilli ve genel olarak keskin köşelidir.



Şekil 2.3. a) Halkalı değirmen ve b) merdaneli öğütme şeması [54]

### 2.1.1.4. Öğütme ile üretim

Öğütme sert bilyeler veya çubuklar kullanılarak yapılan mekanik darbe işlemlerini kapsar ve genel olarak gevrek mazlemelerden toz üretmekte kullanılır. Bu işlem için kullanılan en basit yöntem içine sert bilyeler ve öğütülecek malzemenin konduğu bir kavanozun kendi ekseninde yatay dönmesini dağlayan sistemdir (Şekil 2.3). Bu sistemde kavanozun dönmesi ile bilyeler tozlara sürekli çarparak tozların daha küçük parçalara ayrılmasını sağlar. Bu sistemde belli süre sonra en küçük toz boyutuna ulasılır ve daha fazlası mümkün olmaz. Öğütme islemi sünek malzemelerin çoğu için değildir. Bu durum sünek malzemelerin kırılmak uygun yerine şekil değiştirmesinden dolayıdır. Sünek olan bazı malzemeler öğütülebilmesi için kimyasal süreçlerden geçirilerek gevrek hale getirilmeleri gerekir. Bilyeli kavanozla öğütme işleminde, kavanozun dönme hızı önemli etkenlerden biridir. Çok hızlı dönme durumunda merkezkaç kuvveti etkisiyle bilyeler tozları ezmeden kavanoz çeperlerinde sabit kalacağı için öğütme işlemi gerçekleşmez. Çok yavaş dönme hızlarında ise bilyeler kavanoz çeperlerinden yukarı tırmanmayacağı için tozlar üzerinde düsmez ve bu yüzden mekanik olarak öğütme islemi gerçeklesmez. Uygun öğütme hızı belirlenirken kavanoz çapı dikkate alınmalıdır.



Şekil 2.3. Bilye dolu kavanozla öğütme işlemi

Bilyeli kavanozla yapılan öğütme işlemi sonucu elde edilen tozlar düzensiz şekillidir. Dolayısıyla zayıf akma ve paketlenme özelliğine sahiptir. Kavanoz ve bilyelerin aşınarak karıştırılan malzemeye karışması sonucu üretilen tozlarda istenmeyen safsızlıklar görülebilir. Bu yüzden kavanoz ve bilyelerin aşınmaya mukavim malzemeden seçilmesi veya bilyelerin öğütülecek malzemeden seçilmesi tavsiye edilmektedir [49]. Tozların yeni oluşturulan yüzeylerinin oksidasyondan korunması için oksijene karşı afinitesi yüksek malzemelerin öğütülmesi esnasında kontrollü atmosfer kullanılabilir. Oksidasyondan korunmanın başka bir yöntemi de öğütme kavanozunun organik sıvı malzemelerle doldurulmasıdır.

### 2.1.2. Atomizasyon

Atomizasyon işlemi, toz haline getirilecek alaşımın veya elementin, külçe haldeyken ergitilmesine ve sonrasında hızlı soğutularak damlacıklara parçalanmasından oluşmaktadır. Damlacıklar sıvı haldeyken, gaz veya sıvı vasıtasıyla hızlı bir şekilde katılaştırılarak parçacık haline dönüştürülür. Yöntem metaller, alaşımlar ve intermetalikler için kullanılmakla birlikte son yıllarda polimer ve seramiklerde de kullanılmaktadır. Yöntemin kullanımı 1960'lı yıllara dayanmaktadır [55]. Atomizasyon yöntemiyle üretilen tozlarda karşılaşılan safsızlıkların çoğu ergitme aşamasındaki refrakterden geldiği için bu aşamada kullanılan ekipmanlar önemlidir [51].



Şekil 2.4. Atomizasyon yöntemi şematik gösterimi

Atomizasyonla üretim yöntemi genel olarak sıvı atomizasyon, gaz atomizasyonu ve savurmalı atomizasyon olarak 3 başlıkta incelenebilir. Atomizasyon sürecinde kullanılacak yöntemin belirleyici etkeni üretilecek malzemenin ergime noktasıdır [5].

### 2.1.2.1. Sıvı atomizasyonu

Sıvı atomizasyonda, ergiyiğin damlacıklara ayrılması için su veya gazyağı, parafin gibi sıvılar kullanılır. Sıvı ergiyik üzerine nozullardan yüksek basınçla püskürtülür. Suyun, ergiyik malzemeye püskürtülme basıncı 6-12 MPa arasında değişirken, bu basınç nozulun açıklık miktarına göre 70-250 m/sn'lik bir hızla sıvının ilerlemesini sağlar [51]. Bu yöntemle hızlı soğuma sonucu üretilen tozlar genellikle düzensiz şekillidir. Sürecin ana değişkeni basınçtır, yüksek basınçlarda daha küçük tane boyutu elde edilirken, basınç arttıkça parçacıklarda küresellik artar [48]. Kurulum ve işletim maliyet faktörlerinin düşük olması sıvı atomizasyonun büyük oranda tercih edilmesine sebep olmaktadır. Örneğin, sıvı atomizasyonda 1 kg toz üretimi için 5 litre su kullanılır [49]. Üretim hızı genel olarak 10-100 kg/dakikadır. Yöntemi kısıtlayan en önemli faktör, oksijen afinitesi yüksek bazı metallerin ergiyiklerinin su ile reaksiyona girip oksitlenmesidir. Son yıllarda bazı sentetik yağlar kullanılarak üretilen tozların oksitlenme seviyesinin azaltılması mümkün olmaktadır [51]. Yüksek basınçlı su atomizasyonu genel olarak demir, paslanmaz çelik ve düşük alaşımlı çeliklerin toz olarak üretilmesi için uygun bir yöntemdir [56].

### 2.1.2.2. Gaz atomizasyonu

Hava, azot veya helyumun yüksek basınçla püskürtülerek sıvı metali parçacıklara ayırma işlemine, gaz atomizasyonu denilmektedir. Gazın püskürtülmesi aşamasında doğrudan jet, jet grubu veya çevreleyici eşeksenli nozul kullanılmaktadır. Daha yüksek ergime sıcaklığı, daha yüksek gaz basıncı ve gaz akışı ve ergiyik arasındaki mesafenin azaltılmasıyla daha ince taneli tozlar elde edilmektedir. Bu yöntemde soygaz kullanımı durumunda tozların safiyeti artmaktadır. Gaz atomizasyonu ile üretilen tozlar, kullanılan gazların soğutma hızının düşük olması nedeniyle, genel olarak küreseldir ve tozların tane boyut dağılımı aralığı geniştir. Tozların çoğu 10 µm'den büyüktür [48]. Gaz atomizasyon sürecinin verimliliği genel olarak su

atomizasyon sistemine benzemekle birlikte süreç giderleri belirgin şekilde daha fazladır. Tek bir noktadan sıvı metal akışı bulunan sistemde üretim hızı yaklaşık 50 kg/dk'dır. Gaz basıncı genel olarak 12 MPa'ya kadar olup bu basınçla püskürtülen gaz nozul geometrisine bağlı olarak 700 m/sn hıza kadar ulaşmaktadır, gaz akış miktarı 40 m<sup>3</sup>/dk'dır. Soğuma hızı su atomizasyona göre düşük olduğu için gaz atomizasyon üniteleri su atomizasyona göre daha yüksektir. Bir gaz atomizasyon ünitesinin yüksekliği 20 metreye kadar ulaşabilir [51].

Düşük sıcaklıkta ergiyen metaller için yatay pozisyonda tasarlanmış gaz atomizasyon üniteleri de bulunmaktadır. Toz toplama odası boyunca uçuşan damlacıklar ısı kaybeder ve parçacıklar halinde katılaşır. Gaz atomizasyon yönteminin değişkenleri olarak, gaz türü, ortam atmosferi, sıvı metal sıcaklığı, sıvı metalin nozula girdiği andaki viskozitesi, alaşım türü, sıvı metal akış debisi, gaz basıncı, gaz debisi, nozul geometrisi ve gaz sıcaklığı sayılabilir [49]. Parametrelerden her biri üretilen tozların safiyeti, boyutu ve morfolojisi üzerinde etkilidir.



Şekil 2.5. Yatay pozisyon gaz atomizasyon ünitesi [57]

### 2.1.2.3. Savurmalı atomizasyon

Savurmalı atomizasyon süreci ergiyiğin parçacıklara ayrılması için merkezkaç kuvvetinden faydalanılması prensibine dayalı bir toz üretim sürecidir. Bu yöntemin en eski kullanım şekillerinden biri döner elektrot yöntemidir (Şekil 2.6.) Döner elektrot sisteminde toz haline getirilecek malzeme tükenen bir elektrot olarak sistemde yer alır. Elektrodun ucu tungsten katod ile arasında oluşturulacak elektrik arkı ile ergitilir ve dönme etkisiyle oluşan merkezkaç kuvvetiyle ergiyik savrulur ve toplama odasında katılaşır. Savurma etkisinin oluşması için dönme hızı 50000 devir/dk'ya kadar çıkmaktadır. Savurmalı atomizasyon sisteminde sistem değişkenleri güç, voltaj, anot çapı, dönme hızı ve malzeme olarak sayılabilir ve bu etkenler oluşturulacak tozun özelliklerini belirler. Bu yöntemle üretilen tozlar yüksek paketlenme yoğunluğu, kolay akış özelliklerine sahip olup, safiyeti yüksek ve küreseldir.



Şekil 2.6. Savurmalı atomizasyon şeması [58]

Döner elektrot yöntemi dışında dıştan ergitme esasına dayanan diğer birkaç savurmalı atomizasyon türü daha vardır. Bu yöntemlerde ergiyik sürekli soğutulan bir diske, fincana, eleğe veya tekere yönlendirilir. Bu soğutulan objeninde kendi ekseni etrafında hızlı bir şekilde dönmesi sonucu oluşan merkezkaç kuvvetinden yararlanılır.

### 2.1.2.4. Diğer atomizasyon yöntemleri

Detaylı olarak açıklanan 3 ana atomizasyon yöntemi dışında ergiyik patlatma, plazma atomizasyonu ve kıvılcım erozyonu gibi bazı diğer atomizasyon yöntemleri de bulunmakta ve endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır.

### 2.1.3. Elektro-kimyasal üretim teknikleri

Yöntem bir sulu çözeltiden veya sıvı tuz banyosundan elektroliz hücresi kullanılarak tozların biriktirilmesi esasına dayanmaktadır. Sulu solüsyonların elektrolizi özellikle bakır, nikel, çinko, demir, kobalt, fosfor ve kurşun tozlarının üretiminde kullanılmaktadır. Üretim iki aşamalıdır. Katod üzerinde biriken toz kütlesi daha sonra öğütülerek toz haline getirilir. Sonrasında gerilmeleri azaltmak ve uçucu maddedlerin eliminasyonu için tavlama işlemi yapılır. Yöntem yüksek ürün safiyeti sağlar. Elektrokimyasal yöntemler ile üretilen tozların morfolojisi dendritiktir, düzensiz şekillidir ve iç gözenekler ihtiva eder. Tozların boyutunu ve morfolojisini elektroliz sürecindeki banyo şartları ve sonrasındaki işlem basamakları belirler. Elektroliz yöntemi sadece saf metallerin üretiminde kullanılmaktadır. Üretim birkaç basamaktan oluştuğu için maliyet artmaktadır. Artık madde oluşumu üst seviyede olduğu için çevre kirliliği oluşturması da bu yöntemin kullanımını sınırlayan bir etkendir [5,52].

### 2.1.4. Kimyasal yöntemler

Kimyasal yöntemler, tozların çeşitli katı, sıvı veya buhar fazı reaksiyonları ile oluşturulmasını kapsar. Bunlardan biri katının gazla bozunması reaksiyonudur. Bu sistemde metaloksit tozları ortama dışarıdan verilen gazlarla indirgenir veya metaloksit tozları ile karıştırılmış ilave malzemelerin ısıtılması sonucu oluşan reaksiyon sonucu ortaya çıkan gaz ile metaloksit tozları indirgenir ve saf metal tozları elde edilir. Volfram ve molibden gibi indirgenmesinde yüksek sıcaklık kullanıldığı için indirgenme esnasında oluşan sinter bağları ikincil işlemlerle kırılır. Kimyasal yöntemlerin diğer örnekleri olarak ısıl bozunma, sıvıdan çökeltme, gazdan çökeltme, katı-gaz tepkimeli sentez sayılabilir [49].

### 2.2. Karıştırma ve Harmanlama İşlemleri

Karıştırma ve harmanlama genel olarak aynı anlamda kullanılmasına rağmen harmanlama aynı malzemenin farklı tane boyutuna sahip tozlarının birbiriyle karıştırılmasını, karıştırma ise farklı malzemelerin birbiri ile karıştırılması işlemi olarak tanımlanır [48]. Toz karıştırma işlemi karışım sonunda alınacak herhangi bir hacimdeki iki veya daha fazla örneğin aynı kimyasal kompozisyona sahip olmasını gerektirir [5].

İstenilen bileşimde alaşım üretebilmek için tozların karıştırılması işlemi büyük önem arz etmektedir. Bununla birlikte piyasada farklı türde alaşımlanmış tozlar da bulmak mümkündür (Şekil 2.7). Elementel toz karışımları (Şekil 2.7-a) elementel formda saf tozlarının birbirine karıştırılması ile oluşturulur. Ana alaşım tozları (Şekil 2.7-b) bir ana alaşımın (örn. Al50Mg) toz haline getirilmesi ve sonrasında istenilen bileşime getirilmesi için elementel tozlarla karıştırılmasından oluşur. Önalaşımlı tozlar (Şekil 2.7-c) istenilen bileşimdeki alaşımın dökülmesi ve dökülen külçenin toz haline getirilmesi ile oluşturulur. Bu sistemde her bir toz parçacığı yaklaşık olarak aynı bileşimdedir. Yayınmayla alaşımlanmış tozlar (Şekil 2.7.-d), alaşım elementlerinin yayınma özelliği ile ana alaşım elementi tozlarına bağlanması ile elde edilmiştir. Kaplanmış tozlar (Şekil 2.7.-e) bir element veya alaşımın parçacıklarının yüzeyinin başka bir elementle kaplanması ile oluşturulmuştur. Parçacık alaşımlandırma sistemlerinin her birinin diğerlerine göre avantajları veya dezavantajları mevcuttur.



Şekil 2.7. TM süreçlerinde kullanılan toz örnekleri [59]
Özellikle elementel toz kullanımında ve ana alaşım tozu kullanımında etkili bir karıştırma sağlanması önemli olup diğer alaşım sistemleri de kullanımdan önce gerek topaklanmaların önüne geçilmesi ve gerekse tane boyut farklılıklarından dolayı bölgesel olarak yığılmayı önlemek amacıyla karıştırılabilir. Bazı durumlarda ise önalaşımlı tozlar kullanılsa bile bağlayıcı ve yağlayıcı katkısı yapılması zorunlu olduğu için karıştırma işlemi önem kazanır. Karıştırma işleminin süresi kullanılan sisteme göre değişmektedir. Ayrıca karıştırmanın daha verimli olması için karıştırma ortamına kullanılan sert bilyelerden dolayı karıştırma işlemi sonunda tane boyutunda küçülme görülmesi uygulamalarda karşılaşılan bir durumdur.

# 2.3. Presleme İşlemleri

Tozların preslenmesi esnasında uygulanan kuvvetin etkisiyle oluşan basınç, parçacıkların öncelikle birbirine sürtünerek kaymasına, sonrasında ise plastik şekil değişimine yolaçarak istenilen şekle sahip bir ham parça elde edilmesini yol açar. Tozların preslenmesi parça içindeki gözeneklerin büyük oranda yok edilmesini ve sinter işlemlerine kadar olan süreçte taşınma esnasında şeklini muhafaza etmesini sağlar [20]. TM süreçlerinde sinter öncesinde tozların preslenerek şekillendirilmesi için kullanılan yöntemler olarak tek eksenli presleme, soğuk izostatik presleme (CIP), sıcak izostatik presleme (HIP) ve toz dövme sayılabilir.

#### 2.3.1. Tek eksenli presleme

Tek eksenli presleme toz şekillendirmesinde kullanılan en basit yöntemdir. Tek eksenli preslemede tozlar kalıba döküldüğünde yoğunluk toz karışımının görünür yoğunluğuna eşittir. Her bir toz parçacığı 4-6 parçacık ile temas halindedir [49]. Presleme ile birlikte parçacıklar şekil değiştirir, deformasyondan dolayı parçacıkların sertliği artar ve şekillendirmenin devamı için gereken kuvvet artar. Sonuç olarak belli aşamadan sonra ham ürün daha fazla şekil değiştirmez ve üst zımba kalıpdan çıkar, alt zımba oluşturulan ürünü yukarı doğru iterek kalıptan çıkarır. Preslemeden sonra ham parça mekanik olarak kalıba kilitlenmiş durumda olduğu için, kalıp duvarlarına yağlayıcı tatbik edilmesi çok sık karşılaşılan bir durumdur. Uygulanan yağlayıcı olarak

genellikle steraik asit, stearin, metalik stearatlar veya çeşitli organik yağlar kullanılır [28]. Yüzeyleri daha pürüzsüz olan dolayısıyla küresele yakın tozların görünür yoğunlukları daha fazla olduğu için bu tozların maksimum ham yoğunluğa ulaşması için gerekli kuvvet daha düşüktür.



Şekil 2.8. Tek eksenli preslemenin şematik gösterimi

Toz sıkıştırma işlemi TM sürecinin en önemli aşamalarından biri olmakla beraber kalıp maliyeti, pres maliyeti ve presleme giderleri sürecin önemli giderlerinden bazılarıdır. Dolayısıyla sistemin, en düşük basınçla en yüksek ham yoğunluğa çıkılabilecek bir şekilde tasarlanması planlanmalıdır. Zımbalardan sadece birinin çalıştığı sistemler tek etkili sistemler olarak adlandırılırken, hem alt hem de üst zımbanın ters yönlerde hareket ederek tozları sıkıştırdığı sistemler çift etkili sistemler olarak adlandırılır. Çift etkili sistemlerin kullanılması ile ham kompakt içindeki bölgesel gözeneklilik farkları azaltılabilmektedir.

Tek eksenli presleme için üretilebilir maksimum ağırlık 2 ila 5 kg'dır. Bu ağırlıktan daha ağır parçalar için diğer imal usulleri tavsiye edilir. 600 MPa'dan daha yüksek basınçlar kullanılsa bile kalıp maliyetleri açısından tercih edilir değildir [51].

#### 2.3.2. Soğuk izostatik presleme

Soğuk izostatik preseleme (CIP), tek eksenli kalıpla sıkıştırmada karşılaşılan gözenekliliğin homojen olmaması sorununun aşılması için tozların çok eksenli sıkıştırılması için üretilmiş bir sistemdir. CIP teknolojisinin 60 yıldan daha uzun bir

süredir özellikle seramik tozlarının şekillendirilmesinde kullanılmaktadır [55]. Sistem oda sıcaklığında çalışır ve tozları elastik bir kalıp içinde şekillendirir. Elastik kalıp içine konan numune bir yağ içine daldırılır ve hidrolik bir sistemle su ve yağın bulunduğu hazne sıkıştırılır (Şekil 2.9). Basınç bütün yönlerden eşit şekilde uygulandığı için gözeneklilik bütün noktalarda aynıdır. CIP ile 1400 MPa üzerinde basınçlara çıkılabilir ancak genellikle 420 MPa altındaki basınçlarla çalışılır [48]. Tek eksenli preslemede görülen kalıp duvarı ile kompakt arasında görülen sürtünme izostatik preslemede görülmez. Kalıp maliyeti tek eksenli presleme kalıpları kadar yüksek değildir [60].



Şekil 2.9. Soğuk izostatik presleme sistemi şeması

#### 2.3.3. Sıcak izostatik presleme

Sıcak izostatik presleme (HIP) cihazı çalışma prensibi soğuk izostatik presleme ile aynı olmakla birlikte sıcak izostatik presleme de sıvı yerine gaz kullanılır. HIP teknolojisi ilk olarak 1955 senesinde kullanılmıştır [61]. Kullanılan gaz genellikle argondur ancak diğer soy gazlar da kullanılabilir. HIP işlemi genelde 2200 °C sıcaklığa ve 200 MPa basınca kadar uygulanabilir. Basınç odacıkları 1,5 m çap ve 2,5 m yüksekliğe ulaşabilir. Dezavantaj olarak numune yüzeyinin elastik kalıptan safsızlık bulaşması ve ikincil işlemle temizlenmesi gerekliliği gösterilebilir.

Gerek soğuk ve gerekse sıcak izostatik presleme işlemlerinde üretim hızı tek eksenli preslemeye göre oldukça düşüktür. Kalıbın kauçuk olmasından dolayı ölçü toleransları fazladır.

Sinterleme işlemi, toz parçacıklarının birbirine bağlanmasını sağlayan, böylece dayanımlarını artıran, yüzey alanlarını düşüren bir ısıl süreçtir [48]. Sinterleme işlemleri sinterlenecek malzemeye ve sinterleme sürecine göre değişik şekillerde yapılabilir (Şekil 2.10).



Şekil 2.10. Sinterleme yöntemleri [48]

Sinterleme işlemi yüksek sıcaklıklarda atom yayınımı mekanizmasıyla gerçekleşen bir işlemdir. Birim hacimdeki parçacık miktarı arttıkça o birim hacimdeki yüzey enerjisi artar. Bu nedenle daha fazla yüzey alanına sahip parçalar daha kolay sinterlenir. Sinterleme işlemi, oluşturulmuş yüksek serbest enerjiye sahip toz kompaktı, daha az gözenekli rijit bir cisme çevirme işlemidir [5]. Bazı özel malzemeler dışında bütün tozmetal parçalar uygun bir sıcaklıkta sinterlenir. Kompaktlama sonucunda parça, sürtünmeden dolayı oluşan fiziksel yapışma etkisiyle, elle tutulacak kadar sağlam bir yapıdadır. Buna rağmen bütün parçacıklar yapıda müstakil biçimde kalmıştır. Sinterleme işlemlerinde parçacıklar arası temas noktalarından başlayarak oluşan yayınım olayları vasıtasıyla, ham parçanın yüksek dayanımlı bir nihai ürüne ulaşması amaçlanır. Başka bir deyişle sinterleme, bir toz kütlesinin veya gözenekli kompaktın, parçacıkların temas alanlarının artırılmasıyla spesifik yüzeyin düşürülmesi vasıtasıyla, gözeneklerin daralması ve gözenek geometrisinin ısıl olarak aktif hale getirilmiş bir kütle transferi olarak tanımlanabilir [51].

# 2.4.1. Katı faz sinterleme

Katı faz sinterleme, tek fazlı sistemlerde veya birbiri içinde çözünmeyen sistemlerde parçacıkların temas noktalarından atom difüzyonu ile gerçekleşen sinterleme mekanizmasıdır. Katı faz sinterleme işlemi 4 basamakta ele alınabilir (Şekil 2.11). İlk basamakta parçacıklar bazı noktalarda temas halindedir ancak birbirlerine presleme sonucu sürtünme ile fiziksel olarak bağlıdırlar. İkinci aşamada parçacıklar arasında boyun ismi verilen temas noktaları oluşur. Üçüncü aşamada boyunlar tane boyunca genişler ve açık gözenekler tane sınırları boyunca çizgi şeklinde birikir. Son aşamada ise yoğunlaşma tamamlanır ve sadece müstakil bazı gözenekler yapıda kalır [62]. Dikkat çeken bir diğer nokta ise sinterleme süresince tane boyutunda bir miktar artış görülmesidir. Katı faz sinterlemede iki tür kütle taşınım mekanizması vardır. Atomların boyun bölgesini doldurmaya başladıkları nokta açısından ayrışırlar. Yüzey taşınımında atomlar boyun bölgesinin yakınında bulunan gözenek yüzeylerinden başlayarak doldururken, hacim taşınımında tane sınırlarındaki atomlar, boyun bölgesinde yeniden konumlanırlar.



Şekil 2.11. Katı faz sinterleme aşamaları [62]

#### 2.4.2. Sıvı faz sinterleme

Sinterleme esnasında parçacıklar arasındaki boşlukları doldurabilecek bir sıvı faz oluşumu sinterlemeyi hızlandırır ve yoğunlaşma miktarını artırır (Şekil 2.12). Alüminyum alaşımlarında sıvı faz sinterleme sıklıkla kullanılmaktadır. İşlemin birinci basamağında katkı fazı, ana fazla katı faz sinterleme yoluyla tepkimeye girer ve sıvı faz oluşturur. İkinci aşamada sıvı faz parçacıkların arasını doldurur ve kapiler basıncın de etkisiyle parçacıklar yeniden düzenlenir. Bu aşamada sinterleme

etkinliğini etkileyen ana faktör ıslatmadır. Üçüncü aşamada oluşan sıvı faz katı parçacıklar içinde yayınarak katı içinde çökelir. Son aşamada gözenekler tamamıyla sıvı fazla dolmuştur ve tam yoğunluk işlemi tamamlanmıştır. 3 tür sıvı faz sinterleme yöntemi geniş uygulama alanları bulmaktadır; bunlar geçici sıvı faz sinterleme, kalıcı sıvı faz sinterleme ve süper katıgen (Super solidus) sıvı faz sinterlemedir.



Şekil 2.12. Sıvı faz sinterleme şematik gösterimi [63]

# 2.4.2.1. Geçici sıvı faz sinterleme

Geçici sıvı faz sinterleme, sinterleme sıcaklığında sıvının katı içinde tamamıyla çözündüğü bir sinterleme şeklidir. Preslenmiş ham parça sinter sıcaklığına ısıtılırken bir sıvı oluşur ve alaşımın oluşumu ile bu sıvı faz kaybolur. Bu tip sinterlemenin gerçekleşmesi için birbirinden farklı ergime noktasına sahip iki ayrı bileşen gereklidir. Sinterleme esnasında ergime derecesi düşük olanın ergimesiyle veya ikili bir ötektik faz oluşumuyla bir sıvı faz elde edilir. Sonrasında bu sıvı faz, parçacıklar arası boşlukları doldurur ve kalan katı faz parçacıklar içinde çözünür. Sıvı fazın tamamıyla çözünmesi sonucunda sürecin devamı katı faz sinterleme sisteminin aynısıdır. Örneğin Şekil 2.13'de, birbiri içinde tamamıyla çözünen iki elementli bir sistem verilmiştir. Burada, soldaki sistemde Xs bileşimindeki bir ham parça Ts sıcaklığında sinterlendiğinde, sinterleme sıcaklığında tozlar ergiyecektir ve yapı L+ $\beta$  olacaktır. Sinterlemenin ilerleyen aşamalarında yapı homojenize olacak ve katı  $\beta$ 'dan oluşacaktır. Birbiriri içinde kısmi çözünürlük gösteren ve ötektik faz oluşturan Şekil 2.13. sağdaki sistemde Xs bileşimindeki bir ham parça, Ts, sinter sıcaklığına

çıkarıldığında yapı ötektik bir geçici sıvı faz oluşturur fakat sinter sürecinde yapı homojenize olur. Süreç sonundaki yapı katı  $\beta$ 'dan oluşur [63]. Geçici sıvı faz sinterleme ile sinterlenen sistemlere örnek olarak Cu-Al, Cu-Sn, Fe-Al, Fe-Mo-C, Fe-P, Fe-Si, Fe-Ti, Ni-Cu ve Ni-Ti sistemleri gösterilebilir [48].



Şekil 2.13. İki fazlı iki farklı sisteme ait faz diyagramı

# 2.4.2.2. Kalıcı sıvı faz sinterleme

Kalıcı sıvı faz sinterlemede, geçici sıvı faz sinterlemeden farklı olarak sıvı faz sinterleme süresince yapıda kalmaktadır. Şekil 2.14.'de, Xs bileşimindeki bir ham parça, Ts sıcaklığında sinterlendiğinde sinter süresinde sıvı faz bulunacaktır ve soğuma esnasında tane sınırlarında katılaşacaktır. Kalıcı sıvı faz sinterleme sert metallerin, yüksek hız çeliklerinin ve birçok seramiğin sinterlenmesinde sıklıkla kullanılan bir yöntemdir [51].



Şekil 2.14. İki fazlı sistemde kalıcı sıvı faz sinterleme noktası

#### 2.4.2.3. Süper katıgen sıvı faz sinterleme

Süper katıgen sıvı faz sinterleme sadece önalaşımlı tozlarla kullanılabilen bir sıvı faz sinterleme türüdür [64]. Bu sistemde her bir parçacıkta bir miktar sıvı faz oluşabilmesi için katılaşma eğrisinin altında, sıvılaşma eğrisinin üstündeki bir sıcaklığa ısıtılır. Bu sıcaklıkta parçacık içindeki tane sınırlarında oluşan sıvı faz yeniden düzenlenmeye sebep olur. Parçaların yarı katı bir forma ulaşmasıyla, yeniden düzenlenme ve yoğunlaşma evrelerinden geçerek yoğunlaşır. Sistemin uygulanabilmesi için geniş bir ergime aralığına ihtiyaç duyulmaktadır.



Şekil 2.15. Süper katıgen sıvı faz sinterleme

# 2.5. Sinter Sonrası İşlemler

Sinter sonrası işlemler genel olarak, artık rijit bir parça haline gelmiş olan sinterden çıkmış ürüne yapılan işlemlerdir. Sinter sonrasında yapılabilecek birçok işlem vardır. Bu işlemlerden bazıları parçanın boyutunu değiştirmek amaçlı tasarlanmışken bazıları dayanım artırıcı işlemlerdir. Sinter sonrası işlemler olarak, delik delme, vida açma, değişik parçaların montajı, yeniden presleme, ısıl işlem, bilyeli dövme ve kaplama sayılabilir. Yeniden presleme ve dövme işlemlerinde amaç, soğuk deformasyon uygulayarak mukavemet artırmanın yanısıra yüzeye yakın porozitelerin azaltılmasıdır. Talaşlı işlemler, sinter sonrasında boyut sapmasının azaltılması için tercih edilir. Ayrıca bazı oyuk, yiv açma işlemleri için uygulanır. Isıl işlemler ise, mikroyapı ve alaşım elementlerinin dağılımında yapılacak değişikliklerle mukavemet artışı sağlamayı amaçlar. Kaplama ve yüzey işlemleri ise sinterlenmiş parçaların yüzeyine çeşitli yöntemlerle farklı malzemelerin kaplanmasını kapsar.

# BÖLÜM 3. ALÜMİNYUM ve ALAŞIMLARI

Alüminyum yeryüzünde oksijen ve silisyumdan sonra en çok bulunan 3. elementtir ve yerkabuğu ağırlığının yaklaşık % 8'ini oluşturur. Modern ergitme süreci 1886 yılında keşfedildiği için bu tarihten itibaren endüstriyel bir malzeme olarak kullanılmaya başlanmıştır. Bronz, bakır, kurşun ve demir gibi yüzyıllardır bilinen ve üretilen malzemelere rağmen çok daha yeni bir malzeme olmasına karşın günümüzde en çok kullanılan demirdışı metaldir. Günümüzde kullanımı yılda 20 milyon tondan daha fazladır [65,66].

Alüminyum alaşımlarının avantajları olarak düşük özgül ağırlıkları (2,70 gr/cm<sup>3</sup>), yüksek korozyon dayanımı, iyi elektrik ve ısıl iletkenliği, ışığı yansıtma özelliği, düşük sıcaklıklardaki iyi dayanımı, sünekliği, toksik olmaması, kıvılcımla tutuşmaması ve geri dönüşüm özelliği sayılabilir. Saf alüminyumun düşük mekanik özellikleri nedeniyle alüminyum alaşımlandırmak suretiyle mühendislik uygulamalarında kullanılmaktadır.

# 3.1. Ticari Alüminyum Alaşımları

Alüminyum alaşımları, sistemde mevcut elementler ve üretim sürecine göre farklı şekilde isimlendirilir (Tablo 3.1). Alaşımlar 4 basamaklı bir sistemle adlandırılırlar. İşlenmiş alaşımlar için ilk basamak ana alaşım elementini belirtir. Döküm alaşımlarda da ilk basamak ana alaşım elementini belirlerken son basamaktan önce nokta işareti ile ürünün formu belirlenir (külçe için 0, ingot için 1 gibi) [67]. 1XXX, 3XXX, 4XXX ve 5XXX serisi alaşımlar ısıl işlem uygulanamayan alaşımlardır ve sadece soğuk deformasyon ve alaşım elementi eklenerek dayanımları artırılabilir. 2XXX, 6XXX, 7XXX ve 8XXX alaşımları ise ısıl işlem uygulanabilir alüminyum alaşımlarıdır.

Haddelenmiş		Döküm	
Alaşım Elementi	Seri	Alaşım Elementi	Seri
min % 99 Al	1XXX	min % 99 Al	1XX.X
Cu	2XXX	Cu	2XX.X
Mn	3XXX	Si-Cu ve/veya Mg	3XX.X
Si	4XXX	Si	4XX.X
Mg	5XXX	Mg	5XX.X
Mg-Si	6XXX	Zn	6XX.X
Zn	7XXX	Sn	7XX.X
Diğer	8XXX	Diğer	8XX.X

Tablo 3.1. Alüminyum alaşımlarının sınıflandırılması.

Alüminyum alaşımlarına uygulanan ısıl işlemler sırasıyla çözeltiye alma, su verme, çökeltme veya yaşlanma sertleşmesidir. Alüminyum alaşımlarına uygulanan ısıl işlemlerin listesi ve kısaltmaları Tablo 3.2'de verilmiştir.

Tablo 5.2. Alüminyum alaşımlarına uygulanan ısıl işlem kısaltmaları

Kısaltma	Açıklama						
F	Hiçbir işlem görmemiş, üretildiği gibi.						
0	Tavlanmış						
Н	Gerinim sertleşmeli						
Т	Çözelti ısıl işlemli						
T1	Yüksek sıcaklık üretim yönteminden soğutulmuş, doğal						
	yaşlandırılmış						
T2	Yüksek sıcaklık üretim yönteminden soğutulmuş, soğuk deforme						
	edilmiş doğal yaşlandırılmış						
Т3	Çözeltiye alınmış, soğuk deforme edilmiş, doğal yaşlandırılmış						
T4	Çözeltiye alınmış, doğal yaşlandırılmış						
T5	Yüksek sıcaklık üretim yönteminden soğutulmuş, yapay						
	yaşlandırılmış						
T6	Çözeltiye alınmış ve yapay yaşlandırılmış						
Τ7	Çözeltiye alınmış, aşırı yaşlandırılmış						
T8	Çözeltiye alınmış, soğuk deforme edilmiş, yapay yaşlandırılmış						
T9	Çözeltiye alınmış, yapay yaşlandırılmış, soğuk deforme edilmiş						
T10	Yüksek sıcaklık üretim yönteminden soğutulmuş, soğuk deforme						
	edilmiş, yapay yaşlandırılmış						

#### 3.1.1. Alüminyum-bakır alaşımları

2XXX serisi olarak adlandırılan alüminyum-bakır alaşımları günümüzde en çok tercih edilen alüminyum alaşımlarındandır. Ticari olarak "Duralumin" olarak adlandırılan ilk Al-Cu alaşımı 1909 yılında Alfred Wirm tarafından keşfedilmiştir.

Bu alaşım % 3,5 Cu ve % 0,5 Mg yanısıra Si ve Fe ihtiva eder [68]. Duralumin ilk olarak 1917'de Junkers tarafından yapısal malzeme olarak kullanılmıştır. İlerleyen yıllarda ticari Duralumin'in kimyasal kompozisyonu Al4Cu0.5Mg0.5Mn0.3Si0.2Fe olarak değişmiştir. Söz konusu alaşım, 1920 ve devam eden 10 yılda birçok zeplin ve savaş uçağının yapımında kullanılmıştır [69]. Duralumin'de bakır ilavesinin dayanım artırıcı etkisine rağmen korozyon dayanımında düşüşe neden olması bir dezavantaj olarak kabul edilmektedir. Günümüzde 2XXX serisi alaşımlar havacılık ve otomotiv sektöründe kullanılmaktadır [37,67,70-74,].

Alüminyum-bakır alaşımları, içerdiği bakırın alüminyum içindeki çözünebilirliğinin artan sıcaklıkla büyük oranda değişmesi sayesinde (Şekil 3.1) ısıl işlem yöntemiyle sertleşebilir alaşımlardır. Alüminyumda, 548 °C'de ağırlıkça %5,65 bakır çözünürken oda sıcaklığında bu oran sadece % 0,20'dir [75]. Bu alaşımların ısıl işlemle dayanımının artırılması süreci genelde 3 basamaktan oluşmaktadır. Birinci basamakta alaşımın solidus sıcaklığının hemen üstünde bir sıcaklıkta (α bölgesi) tutularak bir katı çözeltinin oluşması sağlanır. Bu işlemi su verme veya başka bir yöntemle hızlı soğuma takip eder. Böylelikle oda sıcaklığında aşırı doymuş bir katı çözelti elde edilir. Son basamakta yaşlandırma işlemi yapılır. Bu işlemin sıcaklığı da genellikle 130-190 °C arasında değişir. Bu işlemler esnasında ve sonrasında oluşan fazlar sırasıyla şu şekildedir:

#### Aşırı doymuş katı çözelti $\rightarrow$ GP1 bölgeleri $\rightarrow$ GP2 bölgeleri( $\theta''$ ) $\rightarrow \theta' \rightarrow \theta$ (Al<sub>2</sub>Cu)

GP bölgeleri geçen yüzyılın başında Andre Guinier [76] ve George Preston [77] tarafından eş zamanlı olarak keşfedildiği için, bu iki bilimadamının adıyla anılır. GP bölgeleri alüminyum içinde çözünen ikinci bir elementin aşırı doymuş çözeltiden çökelirken oluşturduğu farklı yapıdaki bileşiklerdir. GP bölgesi sayısı alüminyumla alaşım yapan elementin özelliklerine göre değişir. Al-Cu alaşımında bu geçişi 2 GP bölgesi yapar. Aşırı doymuş çözelti aşamasından sonra yaşlandırma aşamasında ilk oluşan yapı, GP1 bölgesi, yaklaşık 1-2 atom kalınlığında ve yaklaşık 25 atom çapında olup {100} düzlemine paralel olarak yönlenmişlerdir. GP1 bölgelerinin {100} düzlemine paralel oluşmasının sebebi bu bölgede elastik modülün en az seviyede olmasıdır. Bakır ve alüminyum atomlarının boyut farkından dolayı kristal

kafeste bir çarpılma yaşanır (Şekil 3.2-b). GP1 bölgeleri dislokasyon hareketlerini engellemek suretiyle dayanımda artışa, süneklikte düşmeye sebep olur [78].



Şekil 3.1. Al-Cu denge diyagramı [79]

Alaşımın uzun süre 100 °C'de veya birkaç saat 150 °C'de tutulmasıyla yaklaşık 10 atom kalınlığında ve yaklaşık 75 atom çapında GP2 ( $\theta''$ ) bölgeleri oluşur. GP2 bölgeleri tetragonal yapıda olup, {100} matris düzlemiyle uyumludur. Yaşlandırma süresi arttığında GP2 bölgelerinin boyutunun arttığı sanılmaktadır.



Şekil 3.2. GP bölgelerinin oluşumu

Alaşımın yaşlandırılması işlemine devam edildiğinde yapıyla uyumsuz ve kararsız  $\theta'$ fazı oluşur. Bu faz özellikle heterojen olarak dislokasyonlarda çekirdeklenir. Tetragonal yapıdadır ve kalınlığı 100-150 Å, çapı 100-6000 Å civarındadır. Bu fazın oluşması aşırı yaşlanma şartlarında mümkündür. Yaşlandırma işleminin devam etmesi ile kararlı ve yapı ile uyumsuz özellikteki  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) fazı oluşur. Yapısı hacim merkezli tetragonaldir. Bu faz  $\theta'$  fazının dönüşümüyle veya matristen oluşabilir. Bu fazın genel kristal yapıyla uyumsuz olmasından dolayı dislokasyonları engelleme özelliği yoktur. Dolayısıyla aşırı yaşlanma şartlarında oluşan, kristal yapıyla uyumsuz  $\theta$  fazının oluşumuyla dayanımda bir düşme görülür (Şekil 3.3). Alaşımın yaşlandırma şartlarının değişimi ile birlikte oluşan GP fazlarının sayısı değişmektedir. Bazı şartlarda GP bölgelerinden bazıları görülmeyebilir. Bu alaşımın en iyi özellikleri latis ile uyumlu olan  $\theta''$  ve yarı uyumlu  $\theta'$  fazının bileşiminden oluşan bir mikropıya sahip olduklarında gösterdikleri tespit edilmiştir.



Şekil 3.3. Al4Cu alaşımında yaşlandırma süresi ile oluşan fazlar arası ilişki [75]

#### 3.1.2. Alüminyum-bakır-magnezyum alaşımları

2XXX serisi alüminyum ve bakır esaslı alaşımlar olmasına rağmen istenilen mekanik ve fiziksel özellikleri sağlamak için bu alaşımlara çeşitli oranlarda ilave alaşım elementi eklenmektedir [80]. Eklenen alaşım elementleri Al<sub>2</sub>Cu fazının oluşum aşamalarını gerek yeni fazların oluşumuna sebep olarak gerekse de faz dönüşüm noktalarını etkileyerek değiştirir.

Magnezyum, genellikle 2XXX serisi alaşımlarda genellikle bulunur. Çökelti sertleşmesi ilk uygulanmış Al-Cu-Mg alaşımı AA 2017 alaşımıdır. Bu alaşım ağırlıkça % 4 Cu, % 0,6 Mg ve % 0,7 Mn içerir. Bu alaşımdan hemen sonra üretilmeye başlanan AA2014 alaşımı ağırlıkça % 4,4 Cu, % 1,5 Mg, % 0,6 Mn içerir ve yapay yaşlandırmayla dayanım artışı AA2017'den daha fazladır. Günümüzde ise 2017 alaşımının yerini % 4,5 Cu, % 1,5 Mg, % 0,6 Mn içeren AA 2024 alaşımı almıştır. 2024 alaşımı 1930'lardan beri bilinmektedir ve uzay ve havacılık uygulamalarında kullanılmaktadır. Bazı ticari alüminyum alaşımlarının bileşimleri Tablo 3.3'de verilmiştir.

Alaşım	Cu	Mg	Mn	Fe	Si
2017	4,0	0,6	0,7	0,7	0,5
2024	4,2	1,5	0,6	0,5	0,5
2124	4,2	1,5	0,6	0,3	0,2
2224	4,1	1,5	0,6	0,15	0,12
2324	4,1	1,5	0,6	0,12	0,10
2524	4,2	1,3	0,6	0,10	0,04

Tablo 3.3. Bazı ticari Al-Cu-Mg alaşımlarının kimyasal bileşimleri [81]

Al-Cu-Mg alaşımları bir yüzyıldan daha uzun süredir bilinmesine rağmen, bu alaşımların çeşitli sürecleri esnasında oluşan fazlar ve faz dönüşümlerinin incelenmesi yaklaşık yarım asırdır devam etmektedir [81]. Ticari Al-Cu-Mg alaşımlarının birçoğu, Al-Cu-Mg faz diyagramına göre (Şekil 3.4)  $\alpha$ +S bölgesinde yer alır. 2017 alaşımı ise  $\alpha$ + $\theta$ +S bölgesindedir. Literatürdeki bir çalışmada [82] yüksek Cu:Mg oranına sahip alaşımların,  $\alpha$ + $\theta$  bölgesinde yer aldığı dolayısıyla çökelme sertleşmesi sürecinin Al-Cu alaşımlarıyla aynı olacağı rapor edilmiştir.

Bagarstsky'e göre Al-Cu-Mg alaşımları hızlı yaşlanma özellikleri (150-200 °C'de 5 dakikadan daha kısa) konusunda eşsizdirler [83]. Al-Cu-Mg alaşımlarında çökelme ve yaşlanma sürecinde oluşan fazlar aşağıdaki gibidir;

Aşırı doymuş katı çözelti→GP bölgeleri→S' (Al<sub>2</sub>CuMg)→S (Al<sub>2</sub>CuMg)

GP bölgelerinin düşük sıcaklıklarda yapılan yaşlandırmanın ilk aşamalarında {110} düzleminde toplaşan bakır ve magnezyum atomlarından meydana geldiği düşünülmektedir. Al-Cu-Mg alaşımlarında GP bölgelerine bazı kaynaklarda Rus bilim adamı Bagaryatshy'nin ismine ithafen GPB bölgeleri de denmektedir [81].



Şekil 3.4. Al-Cu-Mg faz diyagramının 200 °C'de izotermal kesiti [81]

# BÖLÜM 4. ALÜMİNYUM ESASLI TOZ METALURJİSİ UYGULAMALARI

Alüminyum tozlarının kalıp duvarlarına sıvanması, kalıba soğuk kaynaklanması, düşük akış özellikleri gibi özelliklerinden dolayı alüminyum TM sürecinin ilk kullanımını 1940'lı yıllara kadar geciktirmiştir [20]. Günümüzde alüminyum tozları piyasada elementel, önceden karıştırılmış veya önalaşımlı olarak bulunmaktadır. Üretilen alaşımlar genel olarak döküm ve işlenmiş alüminyum serilerinin kimyasal bileşimine benzer bileşimdedir. Alüminyum tozmetal alaşımlar genişlemiş çözünürlük sınırları, daha homojen ve ince taneli mikroyapı, daha ince taneli ikinci faz parçacıklar gibi avantajlarından [84] dolayı araştırmacıların dikkatini çekmiş ve konu üzerine birçok çalışma yapılmıştır. Tezin bu bölümünde literatürde karşılaşılan TM alüminyum çalışmalarından örnekler sunulmaktadır.

Alüminyum tozları ilk olarak 1920'lerde pulsu yapıda üretilmiştir. Patlayıcı özelliğinden dolayı iş güveliği açısından oldukça tehlikeli bir işlem olduğu için bilyeli değirmen teknolojisinin icadına kadar çok yayılmamıştır. II. Dünya Savaşı sırasında alüminyum tozu esaslı patlayıcılar kullanılmıştır [75].

Alüminyum toz metalurjisine ait basılmış yayınların öncüleri 1962 yılında Strocheim ve 1969 yılında Dudas ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmalardır [20]. 1967 yılında J.F. Dagleish [85] ve 1971 yılında Hay-Sultan [86] yüksek lisans çalışmalarında demir tozları içine alüminyum tozları ekleyerek elektriksel şerit üretimini incelemiştir. Jocelyn Irene Petit, 1980 yılında, Massachusetts Institute of Technology'de yaptığı yüksek lisans çalışmasında [87] AA 2014 alaşımına elementel Mn, Ni ve Fe katkısının ekstrüzyon sonrası mikroyapıya olan etkilerini incelemiştir. 1999 yılında Flumert [88], 2011 yılında ise Yamanoğlu [89] alüminyum alaşım tozu atomizasyon teknikleri üzerine yüksek lisans ve doktora çalışmaları yapmışlardır.

Kanada'da faaliyet gösteren Dalhousie Üniversitesi'nde alüminyum TM çalışmaları konusunda kapsamlı çalışmalar yapılmaktadır. Bu üniversitede Al-Zn-Mg [90,91], Al-Si-Cu [92,93], Al-Ni-Mg [94] ve Al-Cu-Mg [95-97,] tozmetal alaşımları üzerine master ve doktora çalışmaları yapılmıştır. Sercombe, 1998 yılında tamamladığı doktora çalışmasında [98], ticari olmayan alüminyum alaşımlarından özellikle 2XXX serisini incelemiş ve bu alaşımlara yapılacak element ilavelerinin sinterlenme ve mekanik özelliklere etkisini araştırmıştır. Missisippi State University'de eş zamanlı yürüyen iki ayrı çalışmada, Thompson [99] AMB 2712 tozlarının TM sürecinde kalıp aşınmasını incelemiş, Li [100] ise aynı alaşım tozlarına seramik esaslı takviyeler ekleyerek kompozit üretimi hakkında yüksek lisans çalışmaları hazırlamışlardır. Lubosch Meluch, 2009 yılında University of Birmingham'da tamamladığı doktora çalışmasında [101] bir tozmetal Al-Cu alaşımı olan Alumix 123'ün sıcak preslenme davranışlarını incelemiştir. Tozmetal Al-Cu alaşımına seramik parçacıklar eklenmesiyle kompozit malzeme üretimine ait çeşitli doktora [102-104] ve yüksek lisans [105-107] tezleri mevcuttur.

Schaffer ve çalışma grubu, saf Al [108], Al-Zn [109-115], Al-Sn [109,113,116,117], Al-Mg [118-123], Al-Cu [109,113,123-137] alaşımları üzerine çalışmalar yapmış ayrıca bu alaşımlara seramik parçacıklar ekleyerek alüminyum esaslı tozmetal kompozitler [112,116,118] üretmişlerdir. Son zamanlarda alüminyum tozmetal alaşımları ile en çok çalışma yapan bir diğer grup ise Bishop ve arkadaşları olup grup Al-Si [138-145], Al-Ni-Mg [146-148], Al-Zn [149-151], Al-Mg [152], Al-Sn [152] ve Al-Cu [151,153-164] alaşımları üzerine çalışmalar yapmışlardır.

Al-Cu alaşımları üzerine yapılan çalışmalarda genellikle sinter şartlarının ve hammaddenin alaşımın sinter sonrası özelliklerine etkisini incelemiştir. Kehl ve Fischmeister [165] atomize alüminyum ve elektrolize bakırın sinterlenmesi üzerine ilk çalışmalardan birini ortaya koymuştur. Pickens [3], Al-Cu tozmetal alaşımlarıyla ilgili ilk çalışmalardan biri olan makalesinde 2712 serisi alaşımı incelemiştir. Upadhyaya ve arkadaşları [166] ise 2712 alaşımının mikrodalga sinterleme teknolojisi ile tozmetal bir malzeme haline dönüşümünü incelerken, Chelluri [167] aynı alaşım tozlarını dinamik manyetik sıkıştırma adını verdiği bir sistemle tam yoğunlukta sinterlemeyi başarmıştır. 2712 alaşımı üzerine yapılan başka bir

çalışmada Min ve arkadaşları [168] şekillendirme basıncı ve sinter sıcaklığının mikroyapı üzerine etkisini incelemişler en yüksek yoğunluğa 610 C'de 10 saat sinterleme sonucu ulaşmışlardır. Chang ve arkadaşları [169,170] saf alüminyum tozlarının sinter sonrası özelliklerini incelemiş sonrasında bu tozlara % 6 bakır ve % 3 bakır ekleyerek farklı atmosferler altındaki sinter sonucu oluşan mikroyapıları incelemişlerdir. Başka bir çalışmada [171] ise Al4.4Cu0.5Mg0.6Si elementel karışımının termal analizlerini irdelemişlerdir. Durmuş ve Meriç [172] ise önalaşımlı 2014 (Al4.5Cu0.5Mg0.4Mn0.6 Si0.1Cr0.15Ti0.25Zn) tozlarının sinter ve ısıl işlem sonrası davranıslarını mikroyapısal olarak ve sertlik bakımından incelerken Navas ve arkadaşları [173] aynı alaşıma TiC ve VC katarak kompozit oluşturmuşlardır. 2014 önalaşımlı tozları ile yapılan başka bir çalışma [174] bu tozlara ilave edilen Al-Si önalaşımlı tozlarının ıslatma açısını düşürerek yoğunlaşmayı artırdığını ortaya koyarken Sellars ve arkadaşları [175] aynı alaşıma SiC ekleyerek kompozit oluşturmuş ve oluşturulan kompozitin mekanik özelliklerini incelemiştir. Spigarelli ve arkadaşları önalaşımlı 2014 tozlarının [176] ve 2024 tozlarının [177] sinter sonrası sürünme davranışını incelemişlerdir. 2014 tozmetal alaşımı ile başka bir kompozit çalışmasını da Swanson ve arkadaşları [178] % 25 SiC katkılı malzemelerde gerçekleştirmişlerdir. Xiang ve arkadaşları [179], 2024 önalaşımlı tozlarına demir ve nikel katkısı ile yaşlanma davranışında azalma tespit etmişler ve oluşan intermetaliklerle ilgili ayrıntılı bilgi vermişlerdir. Anderson yaptığı çalışmada [180], yeni bir gaz atomizasyon yöntemi oluşturmuş ve bu yöntemle oluşturduğu alaşımların sinterlenme özellikleri üzerinde durmuştur. Benzer şekilde Ridder ve Shecthtman da önalaşımlı Al-Cu tozları üretimi üzerine bir çalışma [181] yapmışlardır. Kaftelen ve arkadaşları [182] ise Al-4Cu esaslı kompozit oluşturmak için önce alaşıma TiC eklemiş, sonrasında oluşan ergiyiği atomize etmişlerdir. Benzer bir kompoziti Pathak ve arkadaşları [183] Al4Cu tozlarına TiN tozları ekleyerek sinterleme sonucu ulasmışlardır. Rainforth ve arkadasları [184] önalaşımlı 2124 alaşımın, Bishop ve arkadaşları [156] ise 2014 alaşımının kuru aşınma davranışlarını incelemişlerdir. Savitskii ve arkadaşları ise Al-Cu alaşımlarının sinterlenmesinde tozların tane boyutunun[185] ve çözünebilirlik değerlerinin [186], kompaktların genleşme büzülme davranışları üzerinde çalışmalar yapmışlardır. 2024 alaşımı üzerine yapılan çalışmalara örnek olarak Erde ve arkadaşlarının [187] sinter ve ekstrüzyon davranışlarını incelediği, Badini ve arkadaşlarının [188] yaşlanma

davranışını incelediği, Momeni ve arkadaşlarının [189] ise sinter ve yoğunluk ilişkisini incelediği çalışmalar gösterilebilir. Zhang ve arkadaşları [190] atomize alüminyum ve elektrolize bakır tozları ile ürettikleri Al4.5Cu1.8Mg alaşımının mikroyapısal özelliklerini irdelemişlerdir. Dhokey ve arkadaşları [191] elementel tozlarla ürettikleri Al4.5Cu1Si0.8Mg alaşımında toz karıştırma şartlarının sinter sonrası mikroyapıya etkisini incelemişlerdir. Laska ve Kazior [192] bazı 2XXX serisi alaşımların sinterleme esnasında boyut değişimlerini ve yoğunluk değerlerine etkisini incelemişlerdir. Simchi ve Vetl [193] Al4.5Cu alaşımının, Meluch ve Chang [194] ise Al4.5Cu0.5Mg0.6Si alaşımının sıcak preslenme özellikleri üzerine çalışmalar yapmış ve sıcak preslenme ile daha yüksek yoğunluk elde edilebileceğini ortaya koymuştur. Martin ve Castro [195,196] 2XXX serisi alaşımlarda sinterleme atmosferi ve sıcaklığının mikroyapı ve sertlik değerleri üzerine etkisini incelemişlerdir. Kim ve Lee [197] Al4.4Cu önalaşımlı tozlarına SiC whiskerler ekleyerek yaptıkları çalışmada termal analizler ve TEM çalışmalarıyla whiskerler etrafında dislokasyonlarda yığılma tespit etmişlerdir. Sarkar ve Lisagor [198] 2124 önalaşımlı tozlarına %0,5 ila %1,5 Mn eklemiş, düşük mangan ilavesinde dayanımda büyük artışlar tespit etmiştir.

Alüminyum toz metalürjisi süreçlerinde en büyük problemlerden biri yüzey oksidinin sinter işlemini zorlaştırmasıdır. Ticari olarak üretilen önalaşımlı 2000 serisi alüminyum tozlarının bir tanesi (Alcoa 202) hariç tamamı bir miktar magnezyum içermektedir (Tablo 5.1). Bunun nedeni magnezyumun alüminyum parçacıkları yüzeyinde bulunan oksidi giderici özellik göstermesidir.

		Bileşim (% ağ.)						
Üretici	Ürün Kodu	Cu	Mg	Si	Mn	Yağlayıcı	Al	Ref
	202	4,0					Kalan	[129]
ALCOA	201AB	4,4	0,5	0,8		1,5	Kalan	
	201 AC	4,4	0,5	0,8			Kalan	[100]
ALCAN	24	4,4	0,5	0,9	0,4		Kalan	[199]
	22	2	1	0,3			Kalan	
ECVADT	Alumix123	4,5	0,5	0,7			Kalan	[21]
ECKARI	Alumix 13	4,5	0,5	0,2			Kalan	[200]
AMPAL	2712	3,8	1	0,75			Kalan	[129]
ALPOCO	2124	4,24	1,4	0,03	0,85		Kalan	[201]

Tablo 5.1. Ticari alüminyum alaşımı tozlarının kimyasal bileşimleri.

Alüminyumun yüzeyi üretildiği ilk andan itibaren oksit tabakası ile kaplıdır [202]. M olarak adlandırılan bir metalin oksitlenme reaksiyonu;

$$M + O_2 \longrightarrow MO_2$$
 (4.1)

şeklindedir. Oksidin serbest oluşum enerjisi (ΔG) ise;

$$\Delta G = -RT \ln K_1 \tag{4.2}$$

Burada R, gaz sabiti, K, kelvin cinsinden sıcaklık,  $K_1$  ise aşağıdaki eşitlik sonucu tespit edilen eşitlik sabitidir.

$$K_1 = (P_{02})^{-1}$$
(4.3)

 $P_{O2}$ , denge halindeki reaksiyonda oksijenin kısmi basıncıdır. Alüminyum için 600 °C'de oksidi indirgemek için 10<sup>-50</sup> atm basınç gereklidir. Hidrojen içeren gazlar da sık sık metallerin sinterlenmesinde kullanılmaktadır. Hidrojen aşağıdaki reaksiyonla bir metalin indirgenmesini sağlar.

$$MO + H_2 \iff M + H_2O$$
 (4.4)

Bu reaksiyonun eşitlik sabiti K4,

$$K_4 = P_{H2O} / P_{H2}$$
 (4.5)

olarak ifade edilir. Burada  $P_{H2O}$  su buharının kısmi basıncını,  $P_{H2}$  hidrojenin kısmi basıncını temsil eder. Kısmi basınçlar çiğleşme noktası olarak ifade edilirse,  $Al_2O_3$ 'ü indirgemek için kullanılacak hidrojenin 600 °C'de çiğ noktasının <-140 olması gerekir. Ancak -140'dan küçük bir çiğ noktası veya  $10^{-50}$  atm kısmi basınca ulaşılması mümkün olmadığından alüminyum yüzeyindeki oksijenin kullanılan atmosfer vasıtasıyla indirgenmesi de mümkün değildir [203].  $Al_2O_3$ 'ün oluşması için

100 °C'de 10<sup>-145</sup> atm veya 900 °C'de 10<sup>-39</sup> atm kısmi basınç yeterlidir [204]. Bu kısmi basınç değerleri gerek vakum ve gerekse koruyucu atmosfer kullanılarak ulaşılması mümkün olmayan değerlerdir. Bu nedenle magnezyumun sinter aşamasında kullanılması yüzey oksitlerinin parçalanması açısından bir gereklilik olarak ortaya çıkmaktadır.

Oksit tabakasının kalınlığı üretildiği andaki sıcaklık, saklama koşulları özellikle de saklandığı ortamdaki neme bağlı olarak değişmektedir [202]. Bulk alüminyum yüzeyindeki oksit kalınlığı 10-20 Å'dur. Alüminyum yüzeyindeki oksit genellikle amorftur [204] ve nemlidir [202,205]. Oksit 350 °C üzeri sıcaklıklarda tavlanırsa x-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> yapısında kristallenir. Oksit tabakası düşük ergime derecesine sahip metallerin katı faz sinterlenmesini engelleyici etki gösterir [206,109]. Ancak tozların yüzeyindeki oksit tabakası alüminyumun havayla temasını keser ve patlayıcı özelliklerinin azalmasını sağlar [152].

Etkili bir sıvı faz sinterleme işlemi için öncelikli şart sıvı fazın katı halde kalan parçacıkları ıslatabilmesidir [207,208]. Oksit tabakasının sinterleme işlemleri üzerinde olumsuz etkisi vardır. Bunların başında ıslatma açısını arttırması gelmektedir [98]. Sıvı faz sinterleme sürecinde, sıvı faz ilk oluştuğunda ortamda sıvı, katı ve buhar mevcuttur. Islatma açısı, arayüzey enerjileri arasında yarı kararlı bir dengeyi ortaya koyar. Bir sıvının katıyı ıslatabilmesi için toplam serbest enerji düşmelidir. Islatmanın miktarı katı, sıvı ve buhar arayüzeylerindeki serbest enerji miktarına bağlı olarak değişen bir temas açısı ( $\theta$ ) ile açıklanır. Katı-sıvı vektörü  $\gamma_{sl}$ , sıvı-buhar vektörü  $\gamma_{lv}$ , katı-buhar vektörü  $\gamma_{sv}$  olarak tanımlanırsa (Şekil 4.1), aradaki bağlantı;

$$\gamma_{\rm sv=}\gamma_{\rm sl+}\gamma_{\rm lv}\cos\theta \tag{4.6}$$

şeklindedir. Yüzey safsızlıkları ıslatma davranışını olumsuz yönde etkiler. Sıcaklık artışı ise çözünürlüğün artması sebebiyle ıslatma davranışını olumlu yönde etkiler. Islatma açısının büyük olması halinde ıslatma davranışı zayıf olarak nitelendirilir. Zayıf ıslatma davranışı dolayısıyla kompaktlarda şişme ve sıvı fazın kompakt dışına çıkması çoğunlukla gözlenmektedir [63].



Şekil 4.1. Islatma açısının şematik gösterimi

Sıvı alüminyumun parçacık yüzeylerindeki alümina tabakasını ıslatması beklenmemektedir [209,210]. Bu durum Munir tarafından yapılan çalışmada [211] bağıl difüzyon hızlarına bağlı olarak açıklanmıştır. Literatürde ıslatma açısının 900 °C'de ~103° [212], 800 °C'de 160° [213], 950 °C'de 162° olduğu rapor edilmiştir [109]. Kehl ve Fichmeister [165] Al-Al<sub>2</sub>Cu ötektiğinin alüminyum oksit tabakasını 600 °C'de ıslatabileceğini ileri sürmüşlerdir. Buna rağmen yeterli ıslatmanın sağlanabilmesi için oksit tabakasının bertaraf edilmesi gerekmektedir.

Tozların kompakt hale getirilmesi esnasında oluşan kesme kuvvetiyle tozlar üzerindeki oksit, gevrek yapıda olması nedeniyle kırılabilmektedir [109,195,214,203,215,216]. Fakat kırılmayla eşzamanlı olarak tekrar ince bir oksit film tabakası oluşabilir.

Liu ve arkadaşları [108], şekillendirilmemiş ve dolayısıyla plastik deformasyona uğramamış tozların yüzeyindeki oksidin de alüminyum ve alümina arasındaki termal genleşme farkından dolayı kırılabileceğini ileri sürmüşlerdir. Alüminyumun termal genleşme katsayısı 27,4 X 10<sup>-6</sup>/°C iken alüminanın termal genleşme katsayısı bunun yaklaşık <sup>1</sup>/<sub>4</sub>'ü kadardır (7,4 X 10<sup>-6</sup>/°C). Bu yüzden sıcaklık artışıyla birlikte parçacıkların yüzeyindeki oksit tabakasında büyük bir gerilme meydana gelmektedir [217]. Liu ve arkadaşlarının yaptığı hesaplamalara göre 600 °C'de oksit tabakası üzerindeki gerilme yaklaşık 4000 MPa'dır ve bu gerilme oksit tabaksının kırılması

için yeterlidir. Küresel parçalardaki oksidin kırılması için sıcaklığın 67 °C'ye çıkarılmasının bile yeterli olacağı belirtilmektedir [108].

Magnezyum ilavesi ile alümiyum parçacıkları üzerindeki oksit tabakasının sürekliliğinin kesilmesi veya dağıtılması, alüminyumun sinterlenmesinde oksit tabakasının olumsuz etkisini azaltmak için kullanılabilecek bir yöntemdir [180,218,219,215,216,220,221,222,223]. Alüminyum yüzeyindeki oksit tabakasındaki oksit ve magnezyum parçacıkları arasındaki olası reaksiyon (Şekil 4.2) şu şekildedir [109,203,224-230],

$$3Mg + 4Al_2O_3 \iff 3MgAl_2O_4 + 2Al$$
 (4.7)

Magnezyum üzerinde de bir oksit tabakası bulunması durumundaysa olası reaksiyon şu şekilde vukuu bulabilir [230<u>-</u>234];

$$MgO + Al_2O_3 \longleftrightarrow MgAl_2O_4$$
 (4.8)



Şekil 4.2. Alüminyum magnezyum ikili sisteminde alümina tabakasının magnezyum tarafından indirgenmesinin şematik gösterimi. [221]

Lumley ve Schaffer [113], magnezyum katkısının kritik bir miktarın üstünde yapılması sonucu magnezyumun düşük çözünürlüğü dolayısıyla mekanik

özelliklerde düşme görülebileceğini rapor etmişlerdir. Xie ve arkadaşları [229] bunun sebebinin yüksek magnezyum oranlarında (% 4 - % 8 [235]) MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> yerine MgO oluşmasına bağlamamıştır. Bu görüşe göre oluşan reaksiyon şu şekildedir [229, 230]

$$3Mg+Al_2O_3 \iff 3MgO+2Al$$
 (4.9)

Toz metalurjisi ile alüminyum alaşımları üretiminde dayanım artışı sağlamak için sıklıkla kullanılan bir yöntem de mikro (< ağ. % 0,5) veya makro (ağ. % 1-20) düzeyde element ilavesidir [154]. Kondoh ve arkadaşları [236] Al-Si-Fe alaşımına değişik miktarlarda magnezyum ilavesi ile yaptıkları çalışmada % 0,5 Mg ilavesinde 2 kat % 1 magnezyum ilavesinde ise 2,5 kat daha yüksek çekme dayanımına ulaşıldığını rapor etmişlerdir. Al-Cu-Mg alaşımlarında dayanım artırıcı çökeltilerin oluşumu Cu:Mg oranına göre değişmektedir [162]. Yüksek Cu:Mg oranlarında [237] dayanım artırıcı çökelti  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) iken düşük Cu:Mg oranlarında [238] çökelti tipi S (Al<sub>2</sub>CuMg)'dir.

Tez çalışmasının ilgili kısımlarında elde edilen bulgular literatürde yer alan çalışmalarla kıyaslanmış, benzerlik ve farklılıklar ilgili bölümlerde irdelenmiştir.

# **BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR**

#### 5.1. Malzeme

Deneysel çalışmalarda kullanılan tozlara ait bilgiler Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan tozlara ait bilgiler						
	Tedarikçi	Ürün Kodu	Safiyet (%)*			
Alüminyum	Sentes-Bir A.Ş.	01000-07-000-0000	99,70			
Bakır	Sentes-Bir A.Ş.	11000-27-000-0000	99,90			
Magnezyum	Magnezyum Metal A.Ş.	MGP-0/63	99,99			

\* Tedarikçi verisidir.

Kullanılan tozların tane boyut dağılımı analizleri Microtrac S3500 tane boyut dağılımı ölçüm cihazıyla yapılmıştır. Toz tane boyut dağılım genişliğinin ( $S_w$ ) belirlenmesinde, tane boyut dağılım ölçümü cihazından alınan  $D_{10}$  ve  $D_{90}$  değerleri kullanılmış olup kullanılan formülasyon şu şekildedir:

$$Sw = \frac{2,56}{\log_{10} \frac{D_{90}}{D_{10}}}$$
(5.1)

Tozların görünür yoğunluğu, vurgu yoğunluğu ve akış hızı gibi özellikleri ASTM B 212-99 standardına uygun olarak belirlenmiştir. Toz morfolojisinin belirlenmesi amacıyla elektron mikroskobu kullanılmıştır.

# **5.2. Metod**

# 5.2.1. Sinter öncesi işlemler

# 5.2.1.1. Toz karıştırma işlemleri

İstenilen alaşımları üretmek amacıyla, temin edilen metal tozları Tablo 5.2'de verilen bileşime göre karıştırılmıştır. Karıştırılacak tozlar Precisa marka XB220A model 0,0001 gr. hassasiyetli terazide tartılarak ağırlıkça istenilen alaşımın bileşimine uygun bileşime getirilmiştir.

	Bileşim								
Alaşım	Ağ	ğırlık (	%)	Ha	cim (%	(o)	A	tom (%	)
Kodu	Al	Cu	Mg	Al	Cu	Mg	Al	Cu	Mg
Al4Cu	96,0	4,0		98,76	1,24		98,26	1,74	
Al4Cu0.5Mg	95,5	4,0	0,5	97,97	1,23	0,80	97,70	1,74	0,56
Al4Cu1Mg	95,0	4,0	1,0	97,18	1,23	1,59	97,13	1,74	1,13
Al4Cu2Mg	94,0	4,0	2,0	95,62	1,22	3,16	96,00	1,73	2,27

Tablo 5.2. Üretilen alaşımların kimyasal kompozisyonları

Karıştırma işlemlerinde 100 ml hacminde, *Nalgene* marka yüksek yoğunluklu polietilen (HDPE)'den üretilmiş 100 ml hacminde boğazsız kavanozlar kullanılmış olup, karıştırma işleminin daha etkili olması için 7 mm çapında ZrO<sub>2</sub> bilyeler kullanılmıştır. HDPE kavanozlara hacimce 1/3 oranında bilye, 1/3 oranında metal tozu konulmuş 1/3'lük kısım ise etkili karışım için boş bırakılmıştır. Herhangi bir kontaminasyon ihtimalini engellemek için alaşımlar en basitten en kompleks alaşıma doğru sıralı bir şekilde karıştırılmıştır. Karıştırma işlemleri *Turbula*-Type T2F karıştırıcıda (Şekil 5.1) yapılmış olup karıştırma süresi 3 saat olarak belirlenmiştir.



Şekil 5.1. Toz karıştırma işlemlerinde kullanılan ZrO<sub>2</sub> bilyeler (a), HDPE kavanoz (a) ve Turbula karıştırıcı (b)

# 5.2.1.2. Toz şekillendirme işlemleri

İstenilen bileşimde alaşım oluşturmak için karıştırılan tozlar ASTM B 528-10 standardına uygun numuneler üretilmesi amacıyla Elka Elektronik marka BC100 model 300 tonluk bilgisayar kontrollü otomatik hidrolik preste tek eksenli olarak şekillendirilmiştir.

3 nokta eğme numunelerinin üretilmesinde kullanılan kalıp Şekil 5.2'de, üretilen numuneye ait ölçüler Şekil 5.3'de, preslenmiş numunelere ait bir resim ise Şekil 5.4'de verilmiştir. Numune yüzey alanı *Solidworks* bilgisayar yazılımı yardımıyla hesaplanmış olup 444,52 mm<sup>2</sup>'dir. Bu durumda 400 MPa'lık basınçla şekillendirme yapılabilmesi için kullanılması gereken kuvvet

$$400 * 445,52 = 178208 \text{ N} = 18172,158 \text{ kg}$$
 (5.2)

olarak hesaplanmıştır.

Her preslemede kalıp boşluğuna eşit miktarda toz konulmuş ve her iki kalıp zımbası ve kalıp boşluğuna her bir presleme öncesinde yüksek safiyette (%99,99) izopropil alkol içinde dağılmış çinko stearat püskürtülmüş, sonrasında alkol uçurularak yüzeylerde çinko stearat kalması ve böylece kalıp yüzeylerinin yağlanması sağlanmıştır.



Şekil 5.2. Tozların şekillendirilmesinde kullanılan kalıp. a) Üst zımba b) Alt zımba c) Kalıp gövdesi d) Çıkarıcı



Şekil 5.3. Üretilen numunelerin şekli ve ebatları



Şekil 5.4. Sinterlenmek üzere hazırlanmış ve kodlanmış numuneler

Numunelerin ham yoğunlukları ölçülen hacimlerinin, ağırlıklarına bölünmesi ile elde edilmiştir. Numunelerin boyut ölçümlerinde 0,01 mm. hassasiyetli dijital kumpas, ağırlık ölçümlerinde 0,0001 gr. hassasiyetli hassas terazi kullanılmıştır. Alaşımların teorik yoğunluğunun hesaplanmasında toplam kütlenin toplam hacme bölünmesi formülü kullanılmıştır[48]. Bu sisteme göre, A ve B olarak adlandırılan iki toz karıştırıldığında ve karıştırılan miktarlar kütlece  $W_A$  ve  $W_B$  ise, ayrıca kullanılan iki malzemenin yoğunluğu d<sub>A</sub> ve d<sub>B</sub> ise toplam kütle ( $W_T$ );

$$W_{\rm T} = W_{\rm A} + W_{\rm B} \tag{5.3}$$

olacaktır. Ayrıca her bir malzemenin kütlesinin, yoğunluğuna bölünmesiyle hacmi bulunur.

$$V_{A} = W_{A}/d_{A}$$
(5.4)

$$V_{\rm B} = W_{\rm B}/d_{\rm B} \tag{5.5}$$

Toplam hacim 
$$(V_T)$$
;  
 $V_T = V_A + V_B$ 
(5.6)

olur. Hesaplanan verilerden yola çıkarak, teorik yoğunluk (d<sub>T</sub>);

$$d_{\rm T} = \frac{W_{\rm T}}{V_{\rm T}} = \frac{W_{\rm A} + W_{\rm B}}{\frac{W_{\rm A}}{d_{\rm A}} + \frac{W_{\rm B}}{d_{\rm B}}}$$
(5.7)

olarak hesaplanır. Kullanılan alaşımların hesaplanmış teorik yoğunlukları Tablo 5. 3'de verilmiştir.

Tablo 5.3. Kullanılan alaşımların teorik yoğunlukları.

Alaşım kodu	Teorik yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
Al4Cu	2,777548
Al4Cu0.5Mg	2,769662
Al4Cu1Mg	2,761822
Al4Cu2Mg	2,732377

Kompaktların ve sinterlenmiş numunelerin % teorik yoğunluklarının hesaplanmasında, numune yoğunluğu  $d_N$ , teorik yoğunluk  $d_T$  olarak kabul edilirse;

$$\% d_{\rm T} = \frac{d_{\rm N}}{d_{\rm T}} \times 100 \tag{5.8}$$

formülü kullanılmıştır.

Her bir parametre için 5 adet eğme numunesi üretilmiş olup, numuneler sinterleme işleminin başlangıcına kadar desikatörde muhafaza edilmiştir.

# 5.2.2. Sinter işlemleri

#### 5.2.2.1. Termal analizler

Numunelerin sinter esnasındaki faz dönüşüm noktalarının tespiti amacıyla Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) analizleri yapılmıştır. DSC analizlerinde TA Instruments SDT-Q600 termal analiz cihazı (Şekil 5.5) kullanılmıştır. Analiz yapılacak numune daha önce üretilmiş olan 3 nokta eğme numunesinin bir kısmının kesilmesiyle elde edilmiştir. Dolayısıyla sinterlenen numunelerle termal analizi yapılan numunenin aynı koşullarda üretilmiş olması sağlanmıştır. Sinter şartlarının tam olarak simüle edilebilmesi için DSC analizleri de yüksek safiyette azot atmosferinde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.5. DSC analizlerinin yapılmasında kullanılan termal analiz cihazı

Dilatometre testlerinde Setaram Labsys Instrumentation dilatometre cihazı kullanılmıştır. Dilatometre testlerinde de üretilmiş olan 3 nokta eğme testi numunelerinden kesilmiş olan parçalar kullanılarak sinterlenen numune ile analizi yapılan numunenin aynı şartları taşıması sağlanmıştır.

# 5.2.2.2. Sinterleme işlemleri

Tüm sinterleme işlemlerinde *Linde* Gaz A.Ş.'den temin edilen yüksek safiyette azot gazı (Şekil 5.6-a) kullanılmıştır. Azot gazı önce manometre daha sonra akışmetre ile istenilen debiye (1 l/dk) getirilip sonrasında içinde silika jel bulunan gaz yıkama

şişesinden (Şekil 5.6-b) geçirilerek olası oksijen kontaminasyonu engellenmeye çalışılmıştır. Sinterleme işlemleri *Honeywell* DC2500 model kontrol ünitesi (Şekil 5.6-c) ile donanımlandırılmış *Protherm* marka yatay tüp fırında (Şekil 5.6-d) yapılmıştır. Çalışmalarda istenilen sinter sıcaklığına ısıtma ve soğutmanın gerekli hızda olabilmesi için 316-L paslanmaz çelik tüp kullanılmış ve bu tüp için özel olarak tasarlanan flanş çifti kullanılmıştır. Sinterleme işleminden önce fırının kalibrasyonu yapılmıştır. Kalibrasyon işleminde 1 m. boyunda NiCr, K tipi ısıl eleman ile donanımlandırılmış 1 °C hassasiyetli *Hanna Instruments* HI-8757 laboratuvar tipi dijital termometre ile sağlanmıştır.

Numuneler sinter firinina alümina plakalar üzerinde yerleştirilmiştir. Sinter sıcaklıkları ve süreleri termal analiz sonuçlarına göre her bir alaşım için farklı olarak belirlenmiş olup temsili bir sinter rejimi grafiği Şekil 5.7'de verilmiştir. Alaşımların sinter rejimlerine ait grafiklere deneysel sonuçlar kısmında ilgili alaşım ele alınırken tekrar değinilecektir.



Şekil 5.6. Sinterleme firini ve çevre donanımları



Şekil 5.7. Sinter işlemlerinde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği örneği

Sinter rejimine göre numuneler sinter firmina oda sıcaklığında yerleştirilmiş, sonrasında flanşlar vasıtasıyla firin kapakları kapatılmıştır. Sinter işlemi başlamadan önce firin içine 10 dakika boyunca yüksek debide (3 lt/dk) azot gazı verilerek içeride azot atmosferi oluşması sağlanmıştır. Sonrasında sinter işlemi başlatılmış olup oda sıcaklığından 300 °C'ye kadar firin dakikada 15 °C/dk'lik bir hızla ısıtılmıştır. Sonrasında 300 °C'ye ulaşıldığında bu sıcaklıkta 20 dakika beklenerek numune yüzeylerinde bulunan kalıntı çinko steraratın giderilmesi sağlanmıştır. Yağlayıcı giderme sonrası ısıtma hızı yine 15°C/dk olarak belirlenmiş fakat sinter sıcaklığına 20 °C kalmasıyla birlikte firinin ısıtma hızı 5 C/dk'ya, sinter sıcaklığına 5 °C kalmasıyla birlikte firin ısıtma hızı 1 °C/dk'ya düşürülerek sıcaklığın hassas kontrolü sağlanmış ve böylelikle kısa bir süre için de olsa hedeflenen sinter sıcaklığının üstüne çıkılması engellenmiştir. Sinter sonrası fırın soğuma sıcaklığı her ne kadar 15 °C/dk olarak belirlense de, kullanılan firinin soğutma sistemi olmaması dolayısıyla firin istenenden daha yavaş soğumaktadır. Soğuma hızı parabolik olduğu için tam olarak grafiğe dökülememekle birlikte temsili bir örneği Şekil 5.7'de kesikli çizgi ile gösterilmiştir.

#### 5.3. Isıl İşlemler

Alaşımların ısıl işlemlerinde klasik T6 ısıl işlemi yerine tozmetal alüminyum alaşımları için daha uygun olan T51 ısıl işlemi (Şekil 5.8) uygulanmıştır. Bu sürece göre alaşım sinter sonrasında oda sıcaklığına düşülmeden tek fazlı bölgeye geçilip burada yapılan bir çözeltiye alma işlemi sonrasında hızlı soğuma ile aşırı doymuş bir katı çözelti elde edilmektedir. Sonrasında yapay yaşlandırma ile ikincil faz parçacıkların mikroyapıda ince bir şekilde dağılması amaçlanmaktadır. Şekil 5.8'de verilen grafikteki sıcaklık ve süreler temsili verilmiş olup, alaşımların ısıl işlemlerinde kullanılan parametrelere ilerleyen kısımlarda detaylıca değinilecektir.



Şekil 5.8. Isıl işlemlerde kullanılan ısıl çevrimin şematik gösterimi

Çözeltiye alma işlemlerinde sinter sürecinde olduğu gibi yüksek safiyette azot kullanılmıştır. Yapay yaşlandırma işlemlerinde kullanılan laboratuvar tipi kül firin (*Protherm- PFL-130/6*) Şekil 5.11'de verilmiştir. Kül firin kullanılmadan önce sinter firini kalibrasyonunda kullanılan termokouple-dijital termometre ile kalibre edilmiştir.

# 5.4. Mekanik Testler

# 5.4.1. Eğme dayanımı

Numunelerin 3 nokta eğme dayanımları ASTM B528-10 standardına göre Instron Series IX Version 8.30.00 test cihazına (Şekil 5.9-a) bağlanan uygun 3 nokta eğme dayanımı ölçüm seti (Şekil 5.9-b) ile yapılmıştır. Eğme testlerinde eğme hızı olarak 2 mm/dk seçilmiş olup alt destekler arası mesafe 25,4 mm`dir. Kullanılan alt ve üst desteklerin çapı 5 mm`dir. Her bir deney parametresi için 5 numune eğme testine tabii tutulmuş, 5 testin ortalaması o parametredeki numunenin eğme dayanımı olarak kabul edilmiştir.



Şekil 5.9. a) Eğme testlerinin yapıldığı çekme cihazı b) Eğme testlerinde kullanılan düzenek.

3 nokta eğme testinde, destekler arası mesafe (L), numune kalınlığı (T), numune genişliği (W) (Şekil 5.10), kırılma anındaki yük  $F_B$  ise üç nokta eğme dayanımı  $\sigma_T$ şu şekilde hesaplanır.

$$\sigma_{\rm T} = \frac{3 \, \mathrm{F_B L}}{2 \, \mathrm{WT}^2} \tag{5.9}$$



Şekil 5.10. 3 nokta eğme deneyinin şematik gösterimi.

#### 5.4.2. Sertlik ölçümleri

Sertlik ölçümlerinde BMS-200 RB sertlik ölçüm cihazı kullanılmış olup uygulanan yük 62,5 kg, kullanılan uç 1/16 inch çapındadır. Her bir ölçüm 5 defa tekrarlanmış, ortalama değer o parametreye ait numunenin sertlik değeri olarak kabul edilmiştir.

# 5.4.3. Yoğunluk Ölçümleri

Sinter sonrası numuneleri yoğunluk ölçümleri alaşım hazırlama bölümünde kullanılan hassas teraziye (bkz. Bölüm 5.2.1.1) bağlanan bir Arşimed kiti vasıtasıyla ASTM B595-11 standardına uygun olarak yapılmıştır. Bu yönteme göre numunenin havadaki ağırlığı ( $m_h$ ), sudaki ağırlığı ( $m_s$ ), oda sıcaklığında suyun yoğunluğu ( $d_s$ ) ise sinterlenmiş numunenin yoğunluğu ( $d_n$ );

$$d_n = \frac{m_h}{m_h - m_s} \times d_s$$
(5.10)

formülü ile hesaplanmıştır.

## 5.5. Mikroyapısal Karakterizasyon

#### 5.5.1. Numune hazırlama

Mikroyapısal incelemelerde, 3 nokta eğme testinden sonra rastgele seçilen numuneler kullanılmıştır. Bu numunelerin plastik deformasyona uğramamış bölgeden olmasına özen gösterilmiştir. Numuneler Presi Mecatome T260 hassas kesme cihazında SiC diskler kullanılarak, enine kesilmiş, böylelikle yaklaşık 13,5 x 5 mm'lik bir alan elde edilmiştir. Numuneler eğer fırında soğuduysa Presi marka 00030110 kodlu fenolik bakalitine alınmıştır. Bakalite alma sıcaklığı 150 °C ve bakalite alma süresi 5 dakika olarak belirlenmiştir. Hızlı soğutulan numuneler ise kontrol dışı yaşlanmayı engellemek için soğuk olarak bakalite alınmıştır. Numuneler bakalite alınmasını müteakiben sırasıyla 400-600-800-1200-1500 gridlik SiC zımparalardan geçirilmiş sonrasında 1 µm'lik alümina solüsyon ile parlatılmıştır. Son işlem olarak Struers Labopol-6 otomatik parlatma cihazında (Şekil 5.11) Metkon Col-K(NC) kodlu kolloidal silika ile son parlatma işlemi yapılmıştır.



Şekil 5.11. Numune parlatma işlemlerinde kullanılan Struers Labopol parlatma cihazı

#### 5.5.2. Optik mikroyapı incelemeleri

Optik mikroyapı incelemelerinde Nikon Eclipse L150 metal mikroskobu kullanılmıştır. Mikroskopla senkronize çalışan bir bilgisayar yardımıyla görüntüler Clemex Vision Lite görüntü analiz yazılımına aktarılmış, numune üzerine ölçek yerleştirme, tane boyut ölçümü gibi işlemler bu yazılım vasıtasıyla yapılmıştır.
Numunelerin dağlanmasında *Keller reaktifi* (95 ml saf su, 2,5 ml HNO<sub>3</sub>, 1,5 ml HCl, 1,0 ml HF) kullanılmıştır.

#### 5.5.3. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) incelemeleri *JEOL-JSM 6060 LV* kullanılarak yapılmıştır. SEM incelemesi üretilen alaşımlardaki elementel bileşimin tespiti amacıyla yapılan enerji saçınım X ışını spektrometrisi analizleri için SEM cihazıyla senkronize çalışan *IXRF 500 EDS* cihazı kullanılmıştır. SEM incelemesi için parlatılmış haldeki numuneler kullanılmıştır.

## 5.5.4. X ışını kırınım (XRD) analizleri

XRD analizlerinde Rigaku marka D/MAX/2200/PC model cihaz kullanılmıştır. XRD taramaları  $10^{\circ} < 2\theta < 90^{\circ}$  tarama aralığında 40 kV-30 mA ve Cu/K $\alpha$  ( $\lambda$ : 1.54056 Å) ışınımı kullanılarak yapılmıştır.

# **BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA**

#### 6.1. Hammadde

Toz metalurjisi ile üretim süreçlerinde, nihai ürünün özellikleri malzemeye, hammadde olarak kullanılan tozların özelliklerine ve üretim süreçlerine bağlıdır [239]. Özellikle toz şeklinin, üretilen nihai ürün üzerinde büyük etkileri olduğu bilinmektedir [108,240]. Aynı zamanda toz üretim yöntemi de toz şeklini etkileyen en önemli faktördür [63]. Belirtilen nedenlerle çalışmada hammadde olarak kullanılan tozların karakterizasyon işlemlerinde taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve tane boyut dağılım ölçüm yöntemi yapılmış ve sonuçlar analiz edilmiştir.

## 6.1.1. Alüminyum

Alüminyum tozlarına ait taramalı elektron mikroskobu görüntüsü Şekil 6.1'de verilmiştir. Tozların morfolojileri düzensiz şekilli olarak tanımlanabilmekle beraber sıvı atomizasyonla üretim yönteminin genel özelliklerini yansıtır niteliktedir.



Şekil 6.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan alüminyum tozlarına ait SEM görüntüsü (Ölçü çizgisi 100 µm' lik bir uzunluğu temsil etmektedir)

Çalışmalarda ana element olarak kullanılan Al tozları düzgün ve homojen küresel yapıda olmayıp düzensiz şeklindedir. Bu durum küresel şekilli tozlara kıyasla bir dezavantaj gibi görülse de şekilsiz tozların presleme sonrasında kenet noktaları oluşturma kabiliyeti daha fazladır. Ayrıca küresel olmayan tozların şekillendirme esnasında şekilsiz kenarları vasıtasıyla komşu parçacıkların yüzeyindeki oksidi kırmakta daha etkili olduğu bilinmektedir [241]. Alüminyum tozlarının üretilmesinde kullanılan alaşıma ait özellikler üretici firma verilerine (Ek-1) göre Tablo 6.1'de verilmiştir. Firma verilerinde belirtilen safsızlıkların alüminyumun cevherden üretimi safhasından gelen safsızlıklar olduğu düşünülmektedir.

Tablo 6.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan alüminyum tozlarının özellikleri\*

Standard	ETİAL-7	UNI 4508		
Yoğunluk				
Safsızlıklar ( % maks.)	Fe	Si	Diğer	
	0,2	0,3	0,1	

\* Firma verileri

Alüminyum tozlarının SEM görüntüsü (Şekil 6.1-a) üzerinden alınan, alansal enerji dağılım X ışını spekrometrisi (EDS) analizlerinde (Şekil 6.2 ve Tablo 6.2) ana pik olarak alüminyum görülmekle beraber bir miktar karbon ve az miktarda oksijen tespit edilmiştir. Tespit edilen karbonun, parçacıklı malzemelerin SEM cihazı içinde sabitlenebilmesi için yapıştırıldıkları iletken karbon esaslı banttan geldiği tespit edilmiştir. SEM cihazı içine yerleştirilen toz miktarının nispeten az olması sebebiyle Şekil 6.1-b okla gösterilen kısımlarda olduğu gibi tozların yüzeye daha az dağıldığı kısımlarda, bu bant rahatlıkla görülebilmektedir. Dolayısıyla tespit edilen karbon pikinin, EDS analizin yüzeyi tarayarak yapılması sebebiyle, bu bandı tespit ettiği söylenebilir.



Şekil 6.2. Alüminyum tozlarının EDS analiz grafiği

	Al	С	0
% (Ağırlık)	82,703	15,094	2,203

Tablo 6.2 Alüminyum tozlarına ait EDS analizi sonuçları

EDS analizlerinde görülen oksijenin ise alüminyumun oksijene karşı yüksek afinitesinden dolayı yüzeyini kaplayan oksit tabakasını göstermektedir. Bununla birlikte firma verilerinde (Ek-1) bahsedilen Si ve Fe gibi safsızlıkların EDS analizinde pik göstermemesi bu safsızlıkların cihazın ölçme hasassiyeti altında ve çok düşük miktarda olmasına bağlanmıştır.

Toz tane boyut dağılımı sinter sonrası özellikleri, özellikle yoğunluk ve akış özelliğini etkileyen bir diğer faktördür. German ve Dunlap [242] yaptıkları çalışmada daha ince tane boyutuna sahip hammadde kullanımı ile daha homojen bir mikroyapıya ulaşılabileceğini ortaya koymuşlardır. Savitskii [185], daha ince taneli alüminyum tozları kullanılması durumunda artan temas noktaları nedeniyle kompaktlardaki genleşme miktarının daha fazla olacağını tespit etmiştir. Alüminyum tozlarının tane boyut dağılımı analizinde (Şekil 6.3) ortalama tane boyutunun 54,98  $\mu$ m olduğu tespit edilmiştir. Alüminyum tozlarının D<sub>10</sub> değeri 28,04 $\mu$ m, D<sub>90</sub> değeri

ise 93,34  $\mu$ m'dir. D<sub>90</sub>/D<sub>10</sub> değeri 3,3288 olup bu değer endüstriyel tozlar için kabul edilebilir limitler içindedir [48]. Bu verilere göre alüminyum tozlarının ölçülen tane boyut dağılım genişliği (S<sub>w</sub>) 4,902'dir.



Şekil 6.3. Alüminyum tozlarının tane boyut dağılımı grafiği

### 6.1.2. Bakır

Alüminyum toz metalurjisi çalışmalarında ilave elementlerin parçacık boyut ve morfolojisinin ürün üzerinde büyük etkileri vardır. Çalışmalarda kullanılan bakır tozlarının (Şekil 6.4.) morfolojisi gaz atomizasyon üretim yöntemiyle üretilmesinin bir sonucu olarak küreseldir. Aynı zamanda çok fazla olmamakla birlikte keskin köşeli olmayan bazı silindirik parçacıkları da görmek mümkündür (Şekil 6.4.-a beyaz oklar). Tozlara ait üretici firma verilerine göre (Ek-2) bakır tozlarının genel özellikleri Tablo 6.3.'de verilmiştir.



Şekil 6.4. Deneysel çalışmalarda kullanılan bakır tozlarına ait SEM görüntüsü (Ölçü çizgisi 100 µm' lik bir uzunluğu temsil etmektedir.)

Tablo 6.3. Deneysel	çalışmalarda	kullanılan	bakır tozlarının	özellikleri*

Standart	EN 1044 Cu 103	ISO 1085	3677	B-Cu100-	DIN 8513/1 L-Cu
Yoğunluk	$4,0-5,0 \text{ gr/cm}^3$				
Safsızlıklar (% maks.)	0,4				

\*Firma verileri

Bakır tozlarına ait SEM görüntüsü üzerinden yapılan EDS analizinde (Şekil 6.5. ve Tablo 6.4) alüminyum tozlarına benzer olarak karbon ve oksijen bulunmuş olup, oksijenin parçacık yüzeylerinde bulunan CuO<sub>2</sub>'den karbonun ise tozların sabitlenmesinde kullanılan iletken banttan geldiği düşünülmektedir. Nitekim karbon oranı da alüminyuma göre daha azdır. Bunun sebebi küresel morfolojide olan tozların paketlenme yoğunluğunun yüksek olması sebebiyle bant yüzeyini daha iyi kaplaması ve SEM cihazına yerleştirilen Cu miktarının Al miktarından daha fazla olması, dolayısıyla bant üstünde daha kalın bir katman oluşması sebebiyle EDS esnasında banttan sayım alınmasının daha zor olmasıdır.

Katkı elementi tane boyutu arttıkça sinter sonrası yoğunlukta düşme görüleceği bilinmektedir. Kullanılan bakır tozları tane boyutunun daha küçük olması aynı zamanda daha fazla temas noktası oluşmasına sebep olmaktadır. Hammadde olarak temin edilen bakır tozlarının seçiminde bu veri gözönünde bulundurulmuştur. Bakır tozlarının ortalama tane boyutu 48,79  $\mu$ m, D<sub>10</sub> değeri 25,97  $\mu$ m, D<sub>90</sub> değeri 74,79  $\mu$ m olarak ölçülmüştür (Şekil 6.6). Bakır tozlarının D<sub>90</sub>/D<sub>10</sub> değeri 2,879 ve tane boyut dağılım genişliği 5,5777'dir. Tane boyut dağılım genişliği değeri yükseldikçe

tanelerin tane boyut dağılımı aralığı düşmektedir [48]. Dolayısıyla bakır tozlarının tane boyut dağılımı aralığı alüminyuma göre daha dardır.



Şekil 6.5. Bakır tozlarına ait EDS analizi grafiği



	Cu	С	О
% (Ağırlık)	98,196	0,702	1,102



Şekil 6.6. Bakır tozlarının tane boyut dağılımı grafiği

## 6.1.3. Magnezyum

Magnezyum tozları (Şekil 6.7) alüminyum ve bakır tozlarından farklı olarak atomizasyon yöntemiyle değil mekaniksel yöntemle üretilmiştir. Bu yüzden tozlar pulsu yapıya daha yakın olmakla birlikte alüminyum ve bakır tozlarına göre keskin köşelidir. Magnezyum tozlarının SEM görüntüsünden alınan EDS analizinde (Şekil 6.8 ve Tablo 6.4) alüminyum ve bakır tozlarına benzer şekilde magnezyum dışında oksijen ve karbon bulunmuştur. Bakır ve alüminyum'da olduğu gibi oksijen yüzey oksidine, karbon ise sabitleyici banda bağlanmıştır.



Şekil 6.7. Deneysel çalışmalarda kullanılan magnezyum tozlarına ait SEM görüntüsü



Şekil 6.8. Magnezyum tozlarına ait EDS analizi grafiği

Tablo 6.4. Magnezyum tozlarına ait EDS analizi sonuçları

	Mg	С	0
% (Ağırlık)	92,739	3,702	3,559

Magnezyum tozlarının tane boyut dağılımı grafiğine (Şekil 6.9) göre ortalama tane boyutu 52,23  $\mu$ m, D<sub>10</sub> değeri 24,12  $\mu$ m ve D<sub>90</sub> değeri ise 91,47 $\mu$ m olarak tespit edilmiştir. Sözkonusu tozlara ait D<sub>90</sub>/D<sub>10</sub> değeri 3,792 ve tane boyut dağılımı genişliği ise 4,41 olarak belirlenmiştir.



Şekil 6.9. Magnezyum tozlarına ait tane boyut dağılımı grafiği

Nispeten daha küçük tane boyutuna sahip parçacıkların, kalıp doldurma esnasında büyük tane boyutuna sahip parçacıklar arasındaki boşluklara girerek sinter öncesi yoğunluğun daha yüksek olmasına sebep olduğu bilinmektedir. Dolayısıyla geniş tane boyutu dağılımına sahip tozların ham yoğunluğunun daha yüksek olması beklenir. Çalışmada ana element olarak kullanılan alüminyum tozları bu özelliği taşımakla beraber, alaşım elementleri olan bakır ve magnezyumun daha küçük tane boyutuna sahip olmasının nispi olarak daha yüksek yoğunluğa sebep olacağı düşünülmektedir. Kullanılan tozların tane boyutları karşılaştırmalı olarak incelendiğinde (Şekil 6.10) bakır ve magnezyumun alüminyuma oranla daha küçük taneli olduğu dikkat çekmektedir. Bununla beraber, TM teknolojisinde kullanılan hammadde boyutunun (tozların tane boyutunun) nihai ürün tane boyutunu belirlemesi dolayısıyla ince taneli olarak belirlenmesi bir avantaj olarak kabul edilmektedir. Şekil 6.10'da bakır tozlarının tane boyut dağılımının diğer 2 elemente nispeten daha dar olmasının sebebi bu tozun (Şekil 6.4 ve 5.6) gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş olmasıdır.



Şekil 6.10. Çalışmada kullanılan tozlara ait tane boyut dağılımı karşılaştırması

### 6.2. Toz Paketleme Yoğunluğu ve Akış Özellikleri

Toz paketlenme yoğunluğu ASTM-B212 [243] standardına uygun olarak ölçülmüştür. Yapılan testlerde tozların akıcı özellik göstermediği tespit edilmiştir. Bu durumun mevcut tozların nispeten küçük taneli ve dar tane boyut dağılımı aralığında seçilmiş olduğundan kaynaklanmış olduğu düşünülmektedir. Kullanılan toz şekillerinin, akış ve yoğunluk özellikleri üzerinde etkisi vardır [244]. Parçacıklar arası sürtünme kuvvetleri ve parçacıklar arasında oluşan kilitlenme noktaları sebebiyle düzensiz şekilli parçacıkların paketleme yoğunluğunun, küresel tozlara göre düşük olduğu bilinmektedir. Aynı zamanda parçacıkların boyutu küçüldükçe ortaya çıkan daha büyük miktardaki temas alanı nedeniyle parçacıklar arası sürtünme kuvveti artacak ve dolayısıyla paketleme yoğunluğu düşecektir [245].

Kullanılan tozların görünür yoğunluk değerleri birbirine yakın olup teorik yoğunluğun yaklaşık % 35'i kadardır (Şekil 6.11). Fakat vurgulu yoğunluktaki artış eğilimi, bileşimdeki magnezyum miktarındaki artışla birlikte artmaktadır. Magnezyum ilave edilmeyen alaşım, vurgu ile birlikte teorik yoğunluğunda % 6,72'lik artış kazanırken bu oran % 1 magnezyum ilavesi ile yaklaşık 2 katına (% 13,88) çıkmaktadır ve % 2 magnezyum ilavesinde vurgu ile kazanılan yoğunluk teorik yoğunluğun % 16,51'idir (Şekil 6.11). Bunun sebebi olarak, vurgu ile birlikte ince taneli magnezyum tozlarının parçacıklar arasındaki boşluklara yerleşmesi gösterilebilir [49].

Liu ve arkadaşları önalaşımlı tozlarla yaptıkları çalışmada [108], küresel tozlarla maksimum % 52 teorik yoğunluğa, şekilsiz tozlarla maksimum % 44 teorik yoğunluğa ulaşabilmişlerdir. Popescu ve arkadaşları [246] elektrolitik bakır tozunun % 4 oranında alüminyum tozuna ilavesiyle ürettikleri elementel karışımda 1,5 gr/cm<sup>3</sup> görünür yoğunluğa (% 54 T.Y.), 1,647 gr/cm<sup>3</sup> vurgu yoğunluğa ulaşmışlardır. Yapılan çalışmada kullanılan alüminyum tozlarının nispeten daha ince taneli olması dolayısıyla oluşan sürtünme yüzeylerinin daha fazla olması sebebiyle ulaşılan görünür ve vurgulu yoğunluk değerleri Popescu ve arkadaşlarının [246] eriştiğinden daha düşüktür.



Şekil 6.11. Tozların görünür ve titreşimli yoğunluk değerleri

Karıştırma işlemi sonrasında tozlarda meydana gelebilecek olası deformasyonları ve karışımın homojen olup olmadığının anlaşılması amacıyla, en düşük miktarda magnezyumla katkısı yapılan alaşımın (Al4Cu0.5Mg) SEM görüntüsü alınmış olup Şekil 6.12'de verilmiştir. Yapılan EDS element haritalama analizine göre parçacıklar karışımda homojen bir dağılım göstermiş ve ancak yapıda parçacık halinde magnezyum görmek mümkün olmamıştır. Bunun sebebi olarak uzun süren karıştırma işlemi esnasında magnezyum tozlarının mekanik alaşımlama etkisi ile alüminyum parçacıkları içine yayınması gösterilebilir. Ayrıca EDS analizinde yine parçacık halinde olmayan demir bulunmuştur.

Firma verilerine (Ek-1) göre alüminyum içinde bir miktar demir bulunduğu bilinmektedir. Fakat demirin yapı içinde aglomere olmamış halde olduğu ve magnezyuma benzer şekilde yapıda homojen bir şekilde dağıldığı yapılan EDS haritalama ile ortaya konmuştur. Tespit edilen oksijenin ise parçacıkların yüzeyinde bulunan oksit tabakasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 6.12. Karıştırma işlemi sonrası Al4Cu0.5Mg tozuna ait elementel haritalama görüntüsü

#### 6.3. Şekillendirme İşlemleri

Toz metalurjisi işlemlerinde ham yoğunluk ne kadar fazla ise nihai ürünün de o derece gözeneksiz bir yapıda olacağı bilinmektedir. Aynı zamanda bir önalaşımlı tozun veya toz karışımının şekillendirilmesinde kullanılacak kalıbın tasarımında ve üretiminde gözönünde bulundurulması gereken süreçlerden biri de tozların şekillenme kabiliyetinin başka bir deyişle sıkıştırılabilirliklerinin bilinmesidir [57].

Alüminyum tozların şekillendirilmesinde süreç 3 aşamalı olarak düşünülebilir. İlk aşamada (Şekil 6.13-A) tozların birbiri üzerinde kayarak daha fazla hareket edemeyip sabit bir noktada kalmalarına kadar geçen kısımdır ve bu ilk aşamada yoğunluk artışı hızlıdır. İkinci aşamada (Şekil 6.13-B) bölgesel plastik deformasyon meydana gelir ve yoğunluk artışındaki hız düşer. Son aşamada ise (Şekil 6.13-C) basınç parçacık yüzeylerindeki oksidi kıracak kadar artmıştır ve aynı zamanda parçacıklar arasında soğuk kaynak dolayısıyla birleşmeler meydana gelir. Bu aşamada parçacıkların plastik deformasyonu da gerçekleşir [101,247-249].

Yapılan deneysel çalışmalarda elde edilen sıkıştırılabilirlik eğrisi daha önce yapılan çalışmalarla [96,196,214] uyumlu olmakla beraber ham yoğunluk değerleri literatürdeki çalışmalardan [99,101,192,196,250-252,253] yüksek bulunmuştur. Bunun sebebi olarak elementel tozların önalaşımlı olanlara göre daha düşük sertlikte ve daha sünek yapıda olması gösterilebilir [162,245,254,255].

Tozların kullanılan şekillendirme basıncına karşı sinter öncesi yoğunluklarını gösteren grafik Şekil 6.13'de verilmiştir. Grafiğe göre en düşük basınç değeri olarak seçilen 100 MPa'da magnezyum ilavesi yapılmayan alaşımın teorik yoğunluğu diğerlerine göre teorik yoğunluğun yaklaşık % 1'i kadar daha fazladır ve en yüksek magnezyum katkılı olan alaşımda bu fark % 2'ye kadar çıkmaktadır. Aynı zamanda magnezyum katkısı olmayan alaşım 400 MPa basınca kadar orantılı bir yükseliş gösterirken diğer alaşımlarda yükseliş paraboliktir.



Şekil 6.13. Presleme basıncının yoğunluğa etkisi

Her ne kadar görünür yoğunluğu ve dolayısıyla vurgu yoğunluğu yüksek olan karışımların şekillendirme sonrası yoğunluğunun da yüksek olacağı [254] bilinse de şekillendirmeyi etkileyen diğer faktörler olan parçacık morfolojisi, toz boyut dağılımı, spesifik yüzey alanı, müstakil parçacıkların sertliği gibi etkenler bu çalışmada titreşimli yoğunluğu yüksek olan alaşımların (Şekil 6.9) nispeten daha düşük ham yoğunluğa ulaşmasına (Şekil 6.13) sebep olmuştur.

Magnezyum katkısı arttıkça ham yoğunlukta düşme meydana gelmesinin başlıca 2 sebebi olduğu düşünülmektedir. Bunlardan birincisi, Bölüm 5.2.'de açıklanmış olan mekanik alaşımlama etkisi diğeri ise pulsu yapıda ve yüksek aspekt oranlı magnezyum tozlarının paketleme yoğunluğunun düşük olması dolayısıyla presleme sonrasında parçacıklar arasında boşluklar kalmasıdır.

Tozların yoğunluk kazanma eğilimi 400 MPa basınca kadar artmış, bu değerden sonra sabit kalmıştır (Şekil 6.13). Bazı alaşımlarda 500 MPa üzerinde şekillendirme basıncı kullanılması ham yoğunlukta düşüşe neden olmuştur. Bunu tozlar üzerindeki yüksek gerilim sonrasında yükün kaldırılmasıyla birlikte ortaya çıkan "spring back" (geri yaylanma) etkisine bağlamak mümkündür. Geri yaylanma, sıkıştırma basıncının

karesiyle doğru orantılıdır [49]. Geri yaylanma miktarını etkileyen faktörler olarak sıkıştırma basıncı, ham yoğunluk, parçacık özellikleri, yağlayıcılar ve alaşım özellikleri elementleri, kalıp sayılabilir [256]. Çalışmalarda yağlayıcı kullanılmaması, kullanılan kalıbın ve sıkıştırma basıncının aynı olması dolayısıyla, magnezyum ilaveli alaşımlarda geri yaylanma etkisinin oluşmasının sebebi olarak magnezyum tozlarının spesifik özellikleri gösterilebilir. Geri yaylanma etkisi ile birlikte kompaktlarda katmanlaşma olması sık görülen [47] bir durumsa da bu çalışmada en yüksek basınçla şekillendirilen numunlerde bile herhangi bir katmanlasma görülmemistir. Bunun nedeni karışım tozlarının elementel tozlardan oluşmasıdır. Bu tozlar basınçla, alaşım tozlarına kıyasla daha kolay plastik deformasyona uğrayarak şekillendirilebilmektedir.

Sonuç olarak parçacıkların 400 MPa üzerindeki bir basınçla şekillendirilmesi sonucu ham yoğunluğun daha fazla artırılamayacağı, bu değerin üzerindeki basıncın kalıp ömrüne olan olumsuz etkisi ve gerekli enerji gereksiniminin artacağı [256] düşüncesi ile kompaktların şekillendirilmesinde 400 MPa'lık basınç kullanılmıştır. Bu verilere ek olarak Bidulsky ve ark. [257] 400 MPa'lık bir şekillendirme basıncının alüminyum parçacıkları arasında soğuk kaynak oluşabimesi için yeterli olduğunu ortaya koymuştur. Toz metalurjisi süreçlerinde kullanılacak bir ham kompaktın % 95 teorik yoğunluğun üzerinde bir yoğunluğa sahip olması gerektiği [96] gözönüne alındığında elde edilen ham yoğunluklar sürecin devamı için optimum olarak değerlendirilmiştir.

Toz şekillendirme işlemleri sırasında parçacıklarda büyük miktarda plastik deformasyon gerçekleşir. Deformasyon dolayısıyla temas noktaları genişleyerek temas yüzeyleri oluşmaktadır. 400 MPa basınç altında sekillendirilmiş bir Al4Cu2Mg numunenin ortadan kırılması ile elde edilmiş kırık yüzeyin SEM görüntüsüne (Şekil 6.14) göre bütün parçacıklarda yüksek miktarda plastik deformasyon meydana gelmiştir. Parçacıklar arasında büyük düzlükler ve dolayısıyla çok geniş temas alanları meydana geldiği tespit edilmiştir.

Bir parçacığa temas eden parçacık sayısını tanımlayan koordinasyon sayısı, sıkıştırmada parçacıkların şekil değiştirip düzlemleşmesi ile yeni temas noktaları oluşması sebebiyle artmaktadır ve incelenen numunelerde oldukça yüksektir (Şekil 6.14). Aynı zamanda kompaktlar içinde küçük (5-6 µm) boşluklar tespit edilmiş (Şekil 6.14 kırmızı oklar) olup bu poroziteler bu numunede tespit edilen % 2'lik gözenek miktarını (Şekil 6.13) açıklar niteliktedir. Sinterleme işleminin temas noktalarında atom yayınımı başladığı bilinmektedir. Dolayısıyla temas noktalarının ve alanları arttıkça sinterleme için gerekli sıcaklık ve süre düşmekte ve böylelikle enerjiden ve zamandan büyük oranda tasarruf sağlanmaktadır. Üretilen kompaktlarda tespit edilen geniş parçacıklar arası temas alanlarının sinterleme işlemine olumlu katkı yapması beklenmektedir [255,218]. Yine parçacık yüzeylerindeki oksit tabakasının gevrek karakterde olmasından dolayı yüksek gerilme altında kırılması toz metalurjisi işlemlerinde sıklıkla görülmektedir ve sinterleme öncesi şekillendirme sürecinde yoğunluğu artıran bir etkendir [3,170,258,203,236].



Şekil 6.14. 400 MPa basınç ile şekillendirilmiş Al4Cu2Mg kompaktın kırık yüzey görüntüsü. (a-100 büyütme, b-250 büyütme, c-500 büyütme)

Wei [259] yaptığı çalışmada ancak yüksek şekillendirme basınçlarında (420 MPa) Şekil 6.12'dekine benzer parçacık deformasyonuna ulaşılabileceğini ortaya koymuştur. Ancak 300 MPa'lık basınçla şekillendirilen alüminyum tozlarında elde edebildiği deformasyon ve dolayısıyla temas yüzeyi daha azdır. 400 MPa basınçla şekillendirilmiş Al4Cu2Mg alaşımının ham haldeyken kırılmış yüzeyinden alınan EDS elementel haritalama görüntüsü Şekil 6.15'de verilmiştir.



Şekil 6.15. 400 MPa basınç altında şekillendirilmiş Al4Cu2Mg kompaktın kırık yüzey görüntüsü ve elementel haritalama analizi

Elementel haritalama sonuçlarına göre, tozların karıştırma işlemi sonrasındaki haline benzer olarak magnezyum parçacıklarının yapıda dağıldığı dikkati çekmektedir. Ayrıca demirin parçacık halinde bulunmayıp yapıda diğer parçacıklar içerisinde ve safsızlık olarak bulunduğu görülmüştür. Aynı zamanda bütün elementlerin yapıda homojen şekilde dağıldığı tespit edilmiştir. Ayrıca bulunan oksidin yüzey oksidini temsil ettiği düşünülmektedir. Alüminyumun dağılımında görülen siyah bölgeler, numune yüzeyinin düz olmayıp girintili çıkıntılı bir yüzey morfolojisinde olmasından dolayı EDS algılayıcısından sayım alınamayan bölgeleri göstermektedir.

### 6.4. Sinterleme

Alüminyum ve alaşımlarının sinterlenmesinde en önemli konulardan biri sinterleme atmosferinin seçimidir. Alüminyumun oksijene karşı afinitesinin yüksek olması açık atmosferde yapılan sinterleme işlemlerinde, alüminyum parçacıkları üzerinde alüminyum oksit tabakası oluşumuna sebep olmaktadır. Bu nedenle alüminyum alaşımları genel olarak bir koruyucu atmosfer altında sinterlenebilmektedir. Pieczonka , Alumix 431D (Al5.8Zn1.6Cu2.6Mg) tozları ile yaptığı çalışmada [260] azot, argon ve % 95 azot - % 5 hidrojen karışımını koruyucu atmosfer olarak kullanmış ve en iyi sonuçlara azot gazı ile ulaşmıştır. Aynı zamanda Pieczonka [260] kullanılan koruyucu atmosferin sinterleme mekanizmasını etkilemezken, oluşan genleşme ve büzülme miktarlarını değiştiğini tespit etmiştir. Literatürde mevcut bazı çalışmalarda [127,130,261-265] da azotun en iyi koruyucu atmosfer olduğu tespit edilmesinden dolayı, bu çalışma kapsamında gerçekleştirilen sinterleme çalışmalarında yüksek safiyette azot gazı koruyucu atmosfer olarak seçilmiştir.

Sinterlenecek numunelerin sinter sıcaklıkları ve süresinin belirlenmesi toz metalurjisi süreçlerinde değişkenlikler göstermektedir. Kullanılan tozların safiyeti, şekli, tane boyut dağılımı, şekillendirme işlemlerinin hangi yöntemle yapıldığı, ham yoğunluk, sinter atmosferi gibi etkenler sinter sıcaklığını ve sinter süresini etkileyen faktörler olarak sayılabilir [266]. Bu sebeple literatürde yapılan çalışmalar sinter sıcaklığının belirlenmesinde yol gösterici olsa da kesin sinter sıcaklığının belirlenmesi için bazı analiz yöntemlerinin kullanılması gereklidir. Mevcut çalışma kapsamında üretilen 4 farklı alaşım için sinterleme islemleri birbirinden bağımsız olarak değerlendirilecektir.

#### 6.4.1. Al4Cu alaşımı

Al4Cu bu araştırma kapsamında üretilen en basit bileşimdeki alaşımdır. Alüminyum için kullanılan, alaşım elementleri içinde bakır özellikle yaşlanabilirlik özelliği kazandırmasından dolayı, en çok tercih edilenlerden biridir. Alaşımların sinterlenmesinde oluşturulacak bir miktar sıvı fazın kompaktlardaki gözenekliliğin

azalmasında olumlu etki yaptığı bilinmektedir [267]. Bu alaşımın sinterlenmesinde sıvı faz sinterleme kullanılacaktır. İkili alaşım sisteminde ideal sıvı faz sinterleme gereksinimleri şu şekildedir [239];

- Alaşım elementi, matris elementinden daha düşük ergime sıcaklığına sahip olmalıdır veya düşük ergime sıcaklığına sahip bir ötektik oluşturabilmelidir.
- Alaşım elementinin matris içinde çözünürlüğü düşük olmalıdır, böylelikle alaşım elementi tane sınırlarında kalarak oluşacak sıvı faz miktarını artırır.
- Matris elementi, oluşacak sıvı içinde çözünebilir olmalıdır ve matris elementinin katı alaşım elementi içinde çözünmesine gerek yoktur. Ayrıca matrisin sıvı içindeki difüzyon hızı yüksek olmalıdır.

Alüminyum bakır sistemi, sıvı faz sinterleme gereksinimlerinden biri olarak alüminyum bakır içinde çözünebilmektedir. Ayrıca bakırın alüminyum içinde çözünebilmesi ve bu iki elementin ötektik faz oluşturmasından dolayı sıvı faz sinterlemeye uygun bir alaşım sistemi oluşturmaktadır.

Alüminyum-bakır sisteminin sinter sıcaklığı solidüs ve likidüs sıcaklığı arasında olarak açıklansa da kullanılan hammaddelerin morfolojik ve kimyasal özellikleri sinter sıcaklığının belirlenmesinde önemlidir [20]. Esper ve Leuze, Al4Cu alaşımını 590 °C'de sinterlemiş ve ilave edilen alaşım elementi tane boyutundaki düşüşle birlikte gözenek miktarı ve sayısında azalma gözlemlemiştir [20]. Aynı zamanda oluşan sıvı faz miktarının gereğinden daha fazla miktarda olması kompaktın şeklinin bozulmasına, dolayısıyla toz metalurjisi ile üretim yönteminin nihai ürün oluşturma avantajının kaybolmasına sebep olmaktadır [64].

Al4Cu alaşımı, alaşım elementi olarak sadece bakır içerse bile hammaddeden gelen düşük miktardaki safsızlıkların reaksiyon sıcaklıklarını etkileyebileceği bilinmektedir [126]. Al-Cu ikili denge diyagramı (Şekil 6.16) incelendiğinde ağ. % 4 bakır içeren alüminyumun oda sıcaklığında  $\alpha$ -alüminyum anayapı ve  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) bileşiminde olduğu görülmektedir. Sıcaklık artışıyla birlikte yaklaşık 480 °C sıcaklıkta yapının sadece  $\alpha$  fazından oluştuğu ve bu durumun 580 °C'ye kadar devam ettiği, 580 °C'nin üzerindeki sıcaklıkta ise yapının katı  $\alpha$  ve sıvı  $\theta$ 'dan oluştuğu görülmektedir. Alaşımın tamamıyla sıvı faza geçtiği sıcaklık ise yaklaşık 650 °C'dir. Al-Cu ikili denge diyagramına göre ağırlıkça % 5,65'in üzerindeki bakır bileşiminde ilk sıvının oluşma sıcaklığı 548 °C'ye düşmektedir.

Al-Cu ikili sisteminin sinterlenmesinde bir sorun olarak alüminyum ve bakırın birbiri içindeki yayınabilirliği arasındaki farkın büyük olması gösterilebilir. Bakırın alüminyum içindeki yayınabilme hızı, alüminyumun bakır içindeki yayınabilme hızından yaklaşık 5000 kat daha fazladır. Örneğin 600 °C'de bakırın alüminyum içindeki yayınma katsayısı 5,01 x  $10^{-9}$  cm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup> iken aynı sıcaklıkta alüminyumun bakır içindeki yayınma katsayısı sadece 1,14 x  $10^{-12}$  cm<sup>2</sup>s<sup>-1</sup>'dir. Bakırın daha hızlı yayınması homojenliği kolaylaştırırken Kirkendall Etkisi ile genleşmeye de sebep olmaktadır. Bu nedenle alüminyum bakır ikili sisteminin sinterlenmesinde parçacık boyutu ve sinterleme parametreleri büyük önem taşımaktadır.



Şekil 6.16. Al-Cu ikili denge diyagramının alüminyumca zengin kısmı.

Sıvı faz sinterleme işlemlerinde sıvı fazın oluştuğu sıcaklığın net olarak tespit edilmesi önemlidir. Gereğinden az miktardaki sıvı faz, sinterlenmenin ön şartı olan yoğunluk kazanma işlemini engellerken, sıvı fazın gereğinden fazla olması durumunda ise yapıda tane büyümesi gerçekleşmektedir [268]. Al-Cu denge diyagramı, alüminyum ve bakırın ergiyiğinin katılaşma eğrisi kullanılarak oluşturulduğundan elementel tozların karışımında sinter sıcaklığının belirlenmesi amaçlı ve doğrudan kullanılamayacağı değerlendirilmiştir. Ayrıca kullanılan tozlar içindeki eser miktardaki safsızlıkların bile faz diyagramındaki eğrileri büyük oranda değiştirebilecekleri [126,269,270] düşünüldüğünde, bu çalışma kapsamında oluşturulan alaşımlar için toz karışımlarının sinter sıcaklığının hassas olarak belirlenmesi amaçlı termal analiz yapılması uygun bulunmuştur. Gerçekleştirilen termal analiz sinter şartlarını simüle etmesi gerektiği için yapılan testler sinter işlemlerinde kullanılan azot gazı atmosferinde ve firin ısıtma hızında yapılmıştır. Analiz sonucunda elde edilen Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) sonucu Şekil 6.17'de verilmiştir. DSC eğrisinden elde edilen bulgular literatürde rapor edilen bir çalışmayla [271] paraleldir.



Şekil 6.17. Al4Cu alaşımına ait DSC grafiği

Alüminyum bakır ikili sisteminde işlem basamakları şu şekildedir [129, 165];

- Artan sıcaklıkla birlikte alüminyum-bakır parçacıkları arasında gerçekleşen difüzyonla bir seri Al-Cu metaller arası bileşiği oluşur.
- İlk sıvı 548 °C'de Al-Al<sub>2</sub>Cu sınırlarında oluşur.

- Sıvı içindeki bakır alüminyum içindeki çözeltiye doğru yayınırken bağımsız bakır parçacıklarından yayınan bakır atomlarının alüminyumla temas noktalarında yeni θ fazı (Al<sub>2</sub>Cu) oluşmaya devam eder.
- Metaller arası bileşik oluşumu yapıdaki bakır tamamen katı çözeltiye geçene kadar devam eder.
- Ötektik sıcaklıkta yapıdaki bakır miktarı % 5,65'ten düşükse oluşan tüm sıvı alüminyum tarafından absorbe edilir, yüksekse bir miktar sıvı yapıda kalır.

DSC grafiğine (Şekil 6.17) göre bir tanesi yaklaşık 550 °C'de diğeri ise 596 °C'de olan 2 endotermik pik dikkat çekmektedir. DSC grafiği, Al-Cu denge diyagramıyla (Şekil 6.16) koordineli bir şekilde incelendiğinde 550 °C'deki endotermik pikin ötektik sıcaklıkta olması dolayısıyla θ fazının sıvıya ilk geçtiği sıcaklık olduğu düşünülmektedir. Her ne kadar Al4Cu alaşımında sıvı faza ilk geçiş sıcaklığı olarak 580 °C görülse de, özellikle alüminyum ve bakır parçacıklarının temas noktalarında (Şekil 6.12) bakırın alüminyum içindeki yüksek difüzyon hızından dolayı [109], yüksek bakır içeren bölgeler oluşması ve bu bölgelerde ötektik ergimenin erken olması, ilk sıvı oluşumunu 548-550 °C'ye kadar düşürmüştür [129, 236].

Al-Cu alaşımlarında sinter süresince geçilen basamaklar Şekil 6.18'de verilmiştir. Özellikle sinter sonrasında parçacık yüzeylerindeki Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tabakasının parçalanması ve mikroyapıda dağılması (Şekil 6.18) sonucu dispersiyon sertleşmesinin oluşacağı düşünülmektedir. Tane sınırındaki oksidin sıvı faz içinde dağılması durumunun önalaşımlı tozlarda, elementel karışımlardaki kadar oluşmadığı literatürde rapor edilmiştir[20].



Şekil 6.18. Al-Cu alaşımlarında sinter süresince yaşanan mikroyapısal değişimler [20]

Al4Cu numunesine ait sinterlenmiş bir numunenin sinter sonrasında alınan DSC grafiği Şekil 6.19'da verilmiştir. Şekil 6.17'de 550 °C'de görülen endotermik pikin sinter sonrasında alınan DSC eğrisinde (Şekil 6.19) görülmemesi, sinterleme sırasında parçacık temas yüzeylerinde nispi olarak yüksek bakır konsantrasyonu olmasından dolayı ötektik oluşumu varsayımını doğrulamaktadır.



Şekil 6.19. Al4Cu numunesinin sinter sonrası DSC grafiği

Al4Cu sistemi için oluşturulan Al-Cu karışım tozları ile şekillendirilmiş kompaktın dilatometre eğrisi (Şekil 6.20) de ilk sıvının oluşmasına kadar düzenli ve nispeten yavaş bir genleşme gösterirken, ilk sıvının oluşmasını müteakip hızlı bir genleşme göstermektedir. Sıvı faza geçiş sıcaklığına yaklaştıkça genleşme artmakta ve sonrasında bir çekme görülmektedir. Alüminyumun genleşme özelliği, özellikle artan sıcaklıkla birlikte difüzyon artışı ve buna bağlı oluşan sıvı miktarındaki artışa bağlanmaktadır. 550 °C civarında ötektik sıcaklığa ulaşılmasıyla birlikte genleşme durma noktasına gelse de sıvı faza geçiş sıcaklığına ulaşıldığında genleşme en üst seviyeye çıkmaktadır.

Dilatometre eğrisinde görülen genleşme davranışı literatürde [130,273] birkaç olasılığa bağlanmıştır;

- Matris ve katkı fazları arasında çözünebilirlik farkı
- Matris ve katkı fazları arasında difüzyon hızı farkı (Kirkendall Etkisi)
- Tane sınırlarına sıvı faz penetrasyonu
- Katı parçacık yüzeylerini ıslatabilirliği düşük olan sıvı fazın varlığı
- Kapalı gözeneklerde kapalı kalan gazların artan sıcaklıkla birlikte genleşmesi
- Faz dönüşümleri ve reaksiyonları

Kullanılan Al4Cu alaşımında genleşme şartlarının hemen hemen hepsi mevcuttur. Sadece kapalı gözeneklerde kalan gaz konusunda herhangi bir kanıt tespit edilememiştir. Al-Cu ikili sistemindeki genleşmeyi Kehl ve Fischmeister [165], oluşan ötektik ergiyerek parçacıklar arasını doldurmasına ve oluşan kapiler basınca bağlarken Saviitski [274,186] bu genleşmenin Al-Cu arasındaki difüzyon hızı farkından dolayı oluşan Kirkendall etkisine bağlamıştır. Kirkendall etkisi, sinterleme sisteminde bileşenlerden birinin difüzyon hızının diğerinden çok daha fazla olması nedeniyle oluşan dengesiz kütle difüzyonundan dolayı, bileşenlerden birinin hızlı şekilde diğerine difüze edip yerinde gözenek bırakması olarak tanımlanabilir [48]. Kirkendall etkisi ergime sıcaklıkları arasında büyük fark olan ikili sistemlerde daha çok görülmektedir [275]. Al4Cu ikili sistemini oluşturan alüminyumun ergime sıcaklığının 660 °C, bakırın ise 1084 °C olduğu gözönünde bulundurulduğunda bu sistemde Kirkendall etkisinin görülebileceği açıktır

Dilatometre analizi sonuçları Padhamatvi'nin [166] 2712 alaşımı ile yaptığı çalışmayla benzer olmakla birlikte çalışmamızda tespit edilen genleşme miktarı Padhamatvi'nin elde ettiği sonucun yaklaşık 2 katıdır. Bu durum önalaşımlı toz kullanımına göre elementel karışım kullanıldığında oluşan sıvı faz miktarındaki artışla açıklanabilir.



Şekil 6.20. Al4Cu alaşımına ait dilatometre eğrisi

Sinter işlemleri Şekil 6.17'de verilen DSC grafiğinde tespit edilen piklere göre belirlenmiş olup ilk sinter işlemi 550 °C'de tespit edilen endotermik pikin hemen altındaki bir sıcaklıkta (538 °C) yapılmıştır (Şekil 6.21).



Şekil 6.21. 538 C'de yapılan sinter çalışmalrında kullanılan sinter-zaman grafiği

Literatürde kullanılan farklı sinter süreleri gözönünde bulundurularak sinter optimizayonu için 5 farklı sinter süresi (0,5 - 1 - 2 - 4 - 8 saat) denenmiştir. Sinter

sonrasında elde edilen yoğunluk değerleri Şekil 6.22'de verilmiştir. Kullanılan sinter sıcaklığı önalaşımlı tozlar için düşük kabul edilebilecek bir değerdir. Elementel toz karışımında elde edilen yoğunluklar daha yüksek sıcaklıkta sinterlenmiş ön alaşımlı tozlara [132,165] kıyasla daha yüksektir. Bu durum elementel toz kullanım sonucu, presleme esnasında yüksek % T.Y. değerlerine ulaşılmış olmasına ve dolayısıyla kompaktlama sonrası temas yüzeyinin fazla olmasına ve alüminyum içinde bakırın hızlı difüzyonuna bağlanabilir [109]. Bununla beraber, sinter sonrası yoğunluklar arası fark en yüksek olduğu noktada bile 0,3 gr/cm<sup>3</sup> (~% 0,1 T.Y.)olup bu değer toz metalurjisi işlemlerinde çok önemli bir fark olarak kabul edilmemektedir. Başka bir deyişle Al4Cu alaşımının 530 °C'de yarım saat sinterlenmesiyle elde edilen yoğunluk, aynı alaşımın 1 saat sinterlenmesiyle elde edilen yoğunluk değerinden ancak 0,3 gr/cm<sup>3</sup> (~% 0,1 T.Y.) daha fazla olacaktır. Alaşımın yarım saat yerine bir saat sinterlenmesi durumunda kullanılacak enerjinin 2 katına çıkacağı düşünülürse yoğunluk değerlerinde meydana gelen artış önemsiz kabul edilebilir. Standart sapma değerleri de düşünüldüğünde, 538 °C'de yapılan sinterleme işleminde, sinterleme süresi ile yoğunluk arasında çok etkili bir ilişki bulunmadığı söylenebilir.



Şekil 6.22. Al4Cu alaşımın 538 °C'de sinter süresine bağlı yoğunluk değişimi

Aynı numuneye ait sinter sonrası optik mikroskop görüntüleri de (Şekil 6.23) yoğunluk değerlerini doğrular niteliktedir. Özellikle düşük sinter sürelerinde ortaya çıkan küresel boşlukların, bakırın sinter sıcaklığına ulaşma aşamasında alüminyum içinde yayındığını göstermektedir. Boşlukların küresel olması ve bakırın başlangıç tane boyutuna yakın olması bu bilgiyi doğrular niteliktedir.

Yarım saat sinterlenen numune üzerinde, numunenin dağlanmadan, düşük büyütmede alınan bir mikroyapı görüntüsü (Şekil 6.24-a), sinter öncesi bakır parçacığı bulunduğu düşünülen gözeneklerin etrafındaki bölgelerin diğer bölgelere göre nispeten daha gözeneksiz olduğunu ortaya koymaktadır. Görüntüye göre bakır parçacıkları etrafındaki gözenekler kapanmış, parçacıktan uzak noktalarda ise parçacıklar arası boşluklar kalmıştır. Tespit edilen gözenekler hem parçacıklararası gözeneklerden hem de parçacık boşluğu şeklinde gözeneklerden oluşmaktadır. Aynı numuneden daha yüksek büyütmede (500X) alınan bir görüntüde (Şekil 6.24-b) ise yapıda bazı noktalarda oluşan çok katmanlı yapı görülmektedir. Benzer bir görüntü Zubizaretta ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada [276] da görülmüştür. Söz konusu çalışmada [276], katmanlı yapının merkezinde bakır miktarı en fazla olarak tespit edilmiş, merkezden uzaklaştıkça bakır miktarında azalma, alüminyum miktarında ise artış tespit etmişlerdir.

Çok katmanlı yapı oluşmasına sebep olarak bakır parçacığı etrafında oluşan ve farklı miktarda bakır içeren metaller arası bileşikler gösterilebilir [109]. Tespit edilen gözenekler (Şekil 6.24-ok) Kirkendall etkisi sonucu oluşan gözeneklerin karakteristik özelliklerini taşımaktadır.

Optik mikroyapılar üzerinden gerçekleştirilen tane boyut dağılımı analizlerine (Şekil 6.25 ve Şekil 6.26) göre sinter süresi uzadıkça tane boyutunda küçük miktarlarda büyüme görülse de tane boyutu döküm mikroyapısına [277-283] göre çok daha küçük kalmaktadır. Ortalama tane boyutu ölçümleri Tablo 6.5'de verilmiştir.



Şekil 6.23. 538 °C'de sinterlenmiş Al4Cu numuneye ait mikroyapı görüntüleri a) 0,5 saat b) 1 saat c) 2 saat d) 4 saat e) 8 saat



Şekil 6.24. 0,5 saat sinterlenen Al4Cu numunesinin mikroyapı görüntüsü



Şekil 6.25. 538 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut dağılımı grafiği (kümülâtif)

Sinter Süresi	Tane Boyutu (µm)			
(saat)	En Küçük	En Büyük	Ortalama	Standart Sapma
0,5	8,2	66,7	26,5	10,4
1	6,2	56,2	26,4	10,4
2	8,2	52,2	27,7	9,44
4	9,7	54,7	29,6	9,46
8	10,5	51,1	28,8	8,91

Tablo 6.5. 538 °C'de sinterlenen numuneye ait tane boyutu değerleri



Şekil 6.26. 538 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut dağılımı grafiği (En öndeki sıra en kısa sinter süresini göstermekte olup en arkadaki en uzun sinter süresini göstermektedir.)

Tane boyut dağılımı analizi sonuçlarına göre sinter süresi arttıkça tane boyutunda küçük miktarlarda büyüme tespit edilmiştir. Her ne kadar ortalama tane boyutundaki artış 2-3 mikrometre seviyesinde olsa da nispeten daha küçük boyutlu tanelerdeki büyüme dikkat çekicidir (Şekil 6.26 ve Tablo 6.5).

538 °C'de yarım saat süreyle sinterlenen numunenin SEM görüntüsü (Şekil 6.27) mikroyapıdaki gözeneklerin (şekildeki oklar) homojen olmadığı ve genel olarak parçacıklararası poroziteli olduğu görülmektedir. Aynı zamanda sinter öncesinde bakır parçacığı olduğu düşünülen noktaların etrafındaki (Şekil 5.27-çerçeve içindeki bölge) nispi yoğunluk artışının bakırın yapıda hızlı yayınması neticesinde oluşan katı hal yayınımına bağlamak mümkündür.



Şekil 6.27. 538 °C'de 0,5 saat sinterlenen Al4Cu numuneye ait SEM görüntüsü

Mikroyapıda görülen farklı renkte bölgelerin element yoğunluğu için yapılan EDS analizi (Şekil 6.28) sonuçları Tablo 6.6'da verilmiştir. Matrisi temsil ettiği düşünülen 3 numaralı analiz noktasında, matris fazı olan alüminyum dışında bakır ve demir bulunmuştur. Bakırın alüminyum içinde yayınarak matriste bulunması mümkün olabilmektedir. İğnemsi şekilli beyaz renkli görünen bölgelerde yapılan analiz sonucunda bu bölgelerde de alüminyum bakır ve ilaveten demir bulunmuş olup bu fazın  $\omega$  fazı (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) olabileceği düşünülmüştür. Şekil 6.28'de belirtilen 1 numaralı bölgede sinter öncesinde bulunan bir bakır parçacığının artan sıcaklıkla birlikte alüminyum içinde yayınmasından dolayı bu bölgede nispi olarak yüksek bakır konsantrasyonu ve düşük alüminyum konsantrasyonunun tespit edilmiştir. Aynı bölgede demir konsantrasyonunun da yüksek olması yapıda safsızlık olarak bulunan demirin Al<sub>2</sub>Cu içinde çözündüğünü ve  $\omega$  fazını oluşturduğunu kanıtlar niteliktedir. Literatürdeki bazı kaynaklarda [196, 284-288] sunulan bilgiler bunu doğrular niteliktedir.



Şekil 6.28. 538 °C'de 0,5 saat sinterlenen numuneye ait mikroyapı EDX analizi yapılan noktalar

Nalita		Ağırlıkça	(%)	
INOKIA	Al	Cu	Fe	0
Genel	93,224	2,243	0,869	3,664
1	63,146	18,588	8,667	9,599
2	91,28	6,824	1,895	-
3	97,351	1,601	1,048	-
4	93,486	5,063	1,451	-

Tablo 6.6. Şekil 6.28'de belirtilen noktalara yapılan EDX analizi sonuçları.

Al4Cu alaşımının 538 °C'de 2 saat sinterlenmesi sonucu oluşan mikroyapının SEM görüntüsü (Şekil 6.29) yarım saat sinterlenmiş olanla (Şekil 6.27) benzerdir. Aynı şekilde gözenekler genelde parçacıklar arası gözenektir ve sinter öncesi bakır parçacığı bulunduğu düşünülen yerlerin etrafında gözenek miktarı nispeten daha düşüktür. Fakat parçacık temas noktalarınındaki gözeneğin bir miktar azaldığı tespit edilmiştir. Katı faz sinterlemede sinter süresi arttıkça boyun oluşumu ve dolayısıyla tanelerarası bağlantı arttığı için parçacıklar arası gözeneğin azalması beklenmektedir Aynı zamanda iğnemsi ikinci faz parçacıklar yapıda kolaylıkla tespit edilebilir durumdadır. Yapılan EDS analizlerinde (Şekil 6.30- Tablo 6.7) bu fazların yarım saat sinterlenen numuneyle benzer şekilde alüminyum, bakır ve demir içerdiği tespit edilmiştir. Literatürde de [162,289-291] bu iğnemsi fazın  $\omega$ -Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazı olduğu raporlanmaktadır.



Şekil 6.29. 538 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımına ait SEM görüntüleri



Şekil 6.30. 538 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu numunenin SEM görüntüsü ve EDS analizi yapılan noktalar

Nolyta	Ağırlıkça (%)				
Ινοκια	Al	Cu	Fe	0	
1	95,197	4,803			
2	97,260	2,169	0,571		
3	80,346	10,602	3,501	5,551	
4	77,678	15,856	6,466		
5	86,111	1,299		12,590	
6	97,775	2,225			

Tablo 6.7. Şekil 6.30'da belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları.

Şekil 6.30'da gösterilen ve 2 parçacık arasındaki bir alanı temsil eden 5 numaralı noktada oksijen tespit edilmiş olması sinter öncesi tane yüzeylerinde yer alan oksit tabakasının bu bölgede kalmış olmasındandır. Yine analiz sonuçlarına göre fazın rengi beyaza yaklaştıkça bölgedeki demir konsantrasyonu da artmaktadır. Matrisi temsil eden 2 numaralı bölgede düşük miktarda da olsa demire rastlanılması ancak renginin açık olmaması bu bölümlerde demirin, bakır ve alüminyum içeren bileşikleri yapmamış olmasına bağlanmıştır.

Nitekim yapılan çizgi analiz sonuçları da (Şekil 6.31) bunu doğrular niteliktedir. Şekil 6.31'e göre "a" çizgisinin orta bölümü olarak nitelendirilebilecek kısımda alüminyum bulunduğu ve taneyi çevreleyen beyaz renk veren fazın ise Al-Cu-Fe'den oluştuğu görülmektedir. "b" çizgisinde ise tane sınırlarındaki oksit tabakası rahatlıkla tespit edilebilmektedir. Yine "b" çizgisinde bakırın sadece tane sınırlarında değil tüm yapıda bulunduğu görülmektedir.

Yapılan XRD analizinde yapıdaki fazların  $\alpha$  (Al),  $\beta$  (Cu),  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu),  $\delta$ (AlFe<sub>3</sub>) ve  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) olduğu tespit edilmiştir (Şekil 6.32). Yapıda elementel bakırın varlığı bakırın tümünün alüminyum içinde yayınmadığının bir göstergesi olarak kabul edilebilir.

Alüminyum içinde silisyum ve demirin bir safsızlık olarak varlığı bilinmektedir. Birincil alüminyumdaki demirin en önemli kaynağı boksit cevheridir. Geri dönüşümle üretilmiş alüminyumda ise demir safsızlığının kaynağı çelik konteynırlar ve ergitme sürecindeki çelik potalardır. Demirin sıvı alüminyumdaki çözünürlüğü yüksek olmasına rağmen katı alüminyumda çözünürlüğü düşüktür (ağ. ~ % 0,05). Bu yüzden safsızlık olarak bulunan silisyum ve demir, kırılma tokluğu üzerinde olumsuz etkisi olan Mg<sub>2</sub>Si, Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al<sub>12</sub>Fe<sub>3</sub>Si gibi intermetalikler oluşturabilir [82,293]. Alüminyumun günümüz teknolojisiyle ve ekonomik olarak demirden tamamıyla arındırılması mümkün olamamaktadır [286]. Biswas ve Chattopadhyay yaptıkları çalışmada [287] düşük bakır ve demir bileşiminde  $\omega$  fazının oluşacağını rapor etmişlerdir. Al-Fe ikili denge diyagramına göre ise oda sıcaklığında alüminyum ve demir,  $\alpha$  + AlFe<sub>3</sub> yapısındadır [79]. Bu nedenle Şekil 6.29'da ortaya çıkan fazlar oluşması muhtemel ve beklenen fazlardır. Al-Cu ikili sisteminde çok düşük miktarda demir ilavesinde bile  $\omega$  fazı oluşabilmektedir [75,293]. Jin ve arkadaşları [294] 2009 Al (Al3.7Cu1.3Mg) tozuyla yaptıkları sinter çalışmasında hiç demir katkısı yapmamalarına rağmen sinter sonucunda  $\omega$  fazı tespit etmişlerdir.



Şekil 6.31. 538 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu numunenin çizgi analizi.



Şekil 6.32. 538 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu numunesinin XRD analizi

Numunelerin sinter süresine bağlı olarak sertlik ve 3 nokta eğme dayanımı değerleri Şekil 6.33'de verilmiştir. İlk olarak sertlik değerleri Brinell cinsinden ölçülmüş ancak elde edilen sonuçlar bu numuneler için tekniğin sertlik ölçümü açısından uygun olamıyacağını ortaya koymuştur. Bu nedenle değerler Vickers cinsinden elde edilmiştir. Elde edilen sertlik değerleri literature göre [172,269,284] düşük olarak değerlendirilmiştir. Ancak bu sonuçlar, Huang ve arkadaşlarının [295] döküm yöntemiyle ürettikleri Al4Cu alaşımının sertlikleri ile uyumludur. Sinter sıcaklığının sıvı faz sinterleme için yetersiz olması bunun sebebi olarak gösterilebilir. Buna karşın artan sinter süresi ile birlikte sertlikte büyük bir değişim yaşanmamıştır(Şekil 6.33). Eğme dayanımındaki artış ise 2 saatlik sinter süresinden sonra ortaya çıkmış ve 2 saatin üzerindeki sinter sürelerinde, her ne kadar ikinci faz parçacık miktarında artış görülse de, sertlik değerinde daha fazla bir artış olmamış küçük miktarda da düşme görülmüştür. Eğme dayanımının düşük olmasının sebebi mikroyapıda görülen yoğun taneler arası gözenekliğin (Şekil 6.27) varlığı ile ilişkilendirilmiştir.



Şekil 6.33. 538 °C de sinterlenen numunelerin sertlik ve eğme dayanımı değerleri

Gerek sertlik ve gerekse eğme dayanımı değerleri, yüksek gözeneklilik nedeniyle istenilen seviyede değildir. Buraya kadar yapılan deneysel çalışmalardan elde edilen sonuçlar kullanılan kompozisyon için 538 °C'nin sinterleme için yeterli bir sıcaklık olmadığını göstermiştir. Sinter sıcaklığının DSC analizinde (Şekil 6.17) tespit edilen ilk endotermik pikin hemen üstündeki bir sıcaklığa (570 °C) yükseltilmesi (Şekil 6.34) ile yoğunluk değerlerinde kaydadeğer bir değişme görülmemiştir (Şekil 6.35). Yoğunluk değerleri Padmavathi ve arkadaşlarının önalaşımlı AMB 2712 tozuyla benzer sıcaklıkta yaptıkları bir sinterleme işleminde rapor ettikleri sonuçlar [296] ile benzerdir. Ancak bu değerler Min ve arkadaşlarının yine AMB 2712 önalaşımlı tozu ile yaptıkları çalışmadaki [168] sonuçlara göre daha yüksektir. Bunun sebebinin adı geçen çalışmadaki [168] şekillendirme basıncının daha düşük (200 MPa) olması olarak gösterilebilir.


Şekil 6.34. 570 °C'de yapılan sinter işlemine ait sıcaklık zaman grafiği



Şekil 6.35. 570 °C'de sinterlenen Al4Cu alaşımının yoğunluk değerleri

Sinterleme sıcaklığında yapılan 30 °C'lik artışa rağmen mikroyapıdaki (Şekil 6.36) değişim de yoğunluk değerlerindeki gibi önemsiz görülebilecek düzeydedir. Yapıda yine büyük küresel gözenekler görümektedir. Bu gözeneklerin gerek boyutsal açıdan gerekse küresel olmasından dolayı bu noktaların sinter öncesinde bakır parçacıkları tarafından işgal edilmekte olduğunu düşündürmektedir. Yine bu gözenekler etrafındaki iğnemsi ikincil faz parçacıkların daha yoğun halde bulunması bu

noktalarda sinter öncesi bakırın var olduğunu, sinter esnasında ise bakırın temas ettiği alüminyum parçacıklarına yayındığını ve bu noktalarda öncelikle Al<sub>2</sub>Cu ötektiğini ve sonrasında yapıda bulunan demir ile birleşerek Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe metaller arası oluşturduğunu düşündürmektedir. Benzer bir bilesiği durum literatürde raporlanmaktadır [284]. Moreau ve arkadaşları [162], Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazının oluşması için öncelikle bakırın alüminyum içine yayınmasının gerektiğinden bahsetmişlerdir. Kullanılan tozlardan sadece alüminyum tozları içinde demir safsızlığı bulunduğu düşünüldüğünde (Tablo 6.1, Tablo 6.2, Şekil 6.2), Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazının oluşması için öncelikle bakırın alüminyum içinde yayınması gerekmektedir. Böylelikle, Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazının öncelikle bakır parçacıkları etrafında yoğun bir şekilde tespit edilmesi beklenen bir gelişmedir.

Nicula ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada [297]  $\omega$  fazının çekirdeklenme sıcaklığının yaklaşık 380-450°C arasında olduğu raporlanmaktadır. Yapıda var olduğu düşünülen fazların gösterilmesi amaçlı, 2 saat sinterlenmiş numunenin dağlanmamış halde çekilen mikroyapı görünümü incelenmiştir (Şekil 6.37). Yapıda sinter öncesinde bakır parçacığı olduğu düşünülen noktadaki gözenek ve etrafındaki ötektik fazın yoğun bulunması dikkat çekicidir. Ayrıca gözenekten uzaklaşıldıkça ikincil faz parçacık miktarı azalmaktadır.



Şekil 6.36. 570 °C'de sinterlenmiş Al4Cu numuneye ait mikroyapı görüntüleri. a) 0,5 saat b) 1 saat c) 2 saat d) 4 saat e) 8 saat

Sinterleme sonrasında tane boyut dağılımları (Şekil 6.38 - Şekil 6.39) incelendiğinde özellikle 4 ve 8 saat sinterlemede nispi bir tane büyümesinin mevcut olduğu görülmektedir. Özellikle 4 saat ve daha uzun süreli sinterleme işlemlerinde elde edilen alaşımın, daha kısa süreli sinterleme işlemlerinde tespit edilenden farklı olarak 40 µm'den daha büyük taneler içermesi dikkat çekicidir (Şekil 6.39).



Şekil 6.37. 570 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının mikroyapı görüntüsü

Ortalama tane boyutu değerlerine göre (Tablo 6.8) yarım saat sinterleme ile 8 saat sinterleme arasındaki ortalama boyut farkı 4,7 µm olup bu fark % 25'lik bir artışa tekabül etmektedir. 530 °C'de sinterlenen alaşıma benzer olarak sinterleme süresinin artışıyla birlikte en küçük tane boyutuna sahip tanelerden başlayarak mikroyapıdaki tüm tanelerde nispi bir büyüme göstermiştir (Şekil 6.39 ve Tablo 6.8). Bununla birlikte, mevcut tane boyut değerleri döküm mikroyapısı [277-282,298] ile kıyaslandığında oldukça ince kalmaktadır. Ayrıca, sinter süresi artışıyla birlikte tane boyutlarındaki standart sapma da artmaktadır. Bu durum uzun sinter sürelerinde tane boyutu açısından daha heterojen bir yapının oluşmakta olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.38. 570 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut grafiği (kümülatif)



Şekil 6.39. 570 °C'de sinterlenen numunelerin tane boyut dağılımı grafiği (En öndeki sıra en kısa sinter süresini göstermekte olup en arkadaki en uzun sinter süresini göstermektedir.)

Sinter Süresi	Tane Boyutu (µm)				
(Saat)	En Küçük	En Büyük	Ortalama	Standart Sapma	
0,5	9,4	36,5	22,7	5,94	
1	12,8	34,2	22,5	5,34	
2	12,5	39,1	25,0	6,23	
4	11,9	45,6	25,2	6,94	
8	10,1	46,3	27,4	7,62	

Tablo 6.8. 570 °C'de sinterlenen numuneye ait tane boyutu değerleri.

570 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu numunesine ait SEM görüntüleri Şekil 6.40'de verilmiştir. SEM görüntüleri geri saçınan elektron (*back scatter electron*) modunda alınmasına rağmen tane sınırları belirgin değildir.

Şekil 6.40-a'ya göre, ikincil faz parçacıklarının özellikle gözeneklerin etrafında yoğunlaştığı görülmektedir. 538 °C'de sinterlenen numuneden (Şekil 6.27) farklı olarak 570 °C'de sinterlenen yapıda tanelerarası gözeneklilikte azalma görülmektedir. SEM görüntülerinden anlaşıldığı kadarıyla tespit edilen gözeneklilik genel olarak taneler arası gözenekten ziyade bakır parçacıklarının yapıya girdiği için bakırın boşalttığı noktalarda oluşan boşluklardır.



Şekil 6.40. 570 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımı SEM görüntüsü. "b" daha yüksek büyütme oranında elde edilmiş "a"nın görünümü

Gözenek üzerinde yapılan EDS çalışmasında (Şekil 6.41 – Tablo 6.9) yapı genelinde alüminyum, bakır, oksijen ve demirin var olduğu tespit edilmiştir. SEM görüntüsündeki beyaz renkli iğnemsi fazın alüminyum, bakır, demirden oluştuğu görülmüş ve XRD analizlerinde (Şekil 6.42) bu partçacıkların 538 °C'de sinterlenen numunelerle benzer şekilde ω (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) fazına ait olduğu tespit edilmiştir [164,299]. Şekil 6.41'deki 2 numaralı noktanın sıvı faza geçmiş ve soğuma esnasında katılaşmış bir bölgeyi temsil ettiği düşünülmektedir. Dolayısıyla bu bölgede bakır konsantrasyonu diğer bölgelere kıyasla daha fazladır. Şekil 6.41'de 3 ve 4 numaralı noktaların benzer renkte görülmesine rağmen matrisi temsil eden 3 numaralı noktada oksijen miktarı 4 numaralı noktaya göre daha düşüktür. 4 numaralı noktanın sinter öncesinde bakır ve alüminyum parçacıklarının temas noktasında olduğu düşünüldüğünde, parçacık yüzeylerinde bulunan oksijenin bu noktadaki oksijen miktarını artırdığı söylenebilir. 4 numaralı analiz noktasının hemen yanında okla işaretlenmiş bir parçacıklar arası gözenek, oluşan sıvı fazın pararçacıklar arası boşluğu tam olarak doldurmak için yetersiz olduğunu ortaya koymaktadır.



Şekil 6.41. 570 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımı üzerinde EDS analizi yapılan noktalar.

Nalita		Ağırlıkça (%	)	
INOKIA	Al	Cu	Fe	0
Genel	90,896	1,987	1,513	2,265
1	72,150	17,477	7,304	3,100
2	60,458	23,823	11,971	3,748
3	98,470	1,462		0,068
4	96,727	1,837		1,436

Tablo 6.9. Şekil 6.41'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları.

570 °C'de 2 saat sinterlenmiş numunelerin XRD analizinde tespit edilen fazlar (Şekil 6.42) 538 °C'de sinterlenen numunede tespit edilen fazlarla (Şekil 6.32) aynıdır. Ancak fazların miktarlarında küçük değişiklikler tespit edilmiştir. Özellikle SEM görüntülerinde açıkça görülen iğnemsi fazın EDS analizlerinde, alüminyum, bakır ve demir tespit edilmesi ve yapılan XRD analizlerinde  $\omega$  fazı görülmesi, yapıdaki bu fazın  $\omega$  olduğunu ispatlamaktadır.



Şekil 6.42.570 °C'de 2 saat sinterlenen numuneye ait XRD grafiği.

570 °C'de sinterlenen numunelerin sertlikleri Brinell cinsinden ölçülebilir limitlerdedir (Şekil 6.43). 538 °C'de sinterlenen numuneler ile doğrudan bir kıyaslama yapmak mümkün değilse de dönüşüm tabloları yardımıyla yapılan dönüşümde sertlik değerlerinde büyük bir değişimin olmadığı tespit edilmiştir. Girisha [300] döküm metalurjisi ile yaptığı çalışmada Al4Cu alaşımının sertliğini 71 HB olarak tespit etmiştir. Başka bir çalışmada [282] ise yine döküm metalurjisi ile üretilmiş Al4Cu alaşımının sertliği 10 saat yaşlandırma sonucu 50 HB olarak rapor edilmistir. Sonuclara göre tane boyutundaki nispi incelmeye göre sertlikteki artıs döküm yöntemiyle üretilen alaşıma yakın değerlerdedir. Sinterleme sıcaklığının 538 °C'den 570 °C'ye çıkarılması sonucu eğme dayanımı değerlerinde yaklaşık 50 MPa'lık bir artış tespit edilmiştir (Şekil 6.43). Gerek sertlik ve gerekse eğme dayanımı değerlerinin maksimum noktaya ulaşması için 2 saatlik bir sinter süresinin yeterli olduğu daha uzun sinter sürelerinde hem eğme dayanımında ve hem de sertlik değerlerinde düşme olduğu tespit edilmiş olup bunun tane büyümesi ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Standart sapma değerleri dayanım ve sertlikteki düşüşün tane büyümesi ile ilgili olduğunu açıklar niteliktedir. Sonuçlar daha önce % 5 bakır ile yapılan bir çalışmaya [269] göre daha düşüktür. Ancak bakır miktarındaki artışla birlikte eğme dayanımında da artış olması daha önce literatürde rapor edilmiştir [301]. Düşüşün sebebi olarak kullanılan sıcaklıkta oluşan sıvı faz miktarının gözenekliliğin azaltılması için yeterli olmaması olarak değerlendirilmiştir. Aynı miktarda bakır kullanılan bir baska calışmada [301] ise elde edilen eğme dayanımı sonuçları deneysel çalışmalarda elde edilen sonuçlarla benzerdir.



Şekil 6.43. 570 °C'de sinterlenen numunelerin eğme dayanımı ve sertlik değerleri

Yapıdaki gözenekliliğin artan sinter sıcaklığı ile birlikte düşeceği bilinmektedir. Bu yüzden sinter sıcaklığı termal analizde (Şekil 6.17) belirlenen ikinci endotermik pikin hemen altındaki bir sıcaklığa (600 °C) yükseltilip bu sıcaklıkta sinter çalışmaları yapılmıştır (Şekil 6.44).



Şekil 6.44. 600 °C'de yapılan sinter işlemine ait sıcaklık zaman grafiği

Alınan sonuçlara göre beklendiği şekilde gözeneklilikte düşme görülmüştür (Şekil 6.45). 2 ve 4 saat sinterlenen numuneler, neredeyse tamamıyla yoğun olarak nitelendirilebilecek seviyededir. Ancak 0,5 ve 1 saat sinterlenen numunelerdeki standart sapma değerleri 2 ve 4 saat sinterlenen numunelere göre daha fazladır. Bunun sebebi olarak sinterleme süresinin gözeneklerin tamamının dolması için yetersiz olması gösterilebilir. Buna rağmen yoğunluk değerleri toz metalurjisi yöntemi için kabul edilebilir aralıktadır.



Şekil 6.45. 600 °C'de sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

Yoğunluk değerlerindeki artış, mikroyapı görüntüleri (Şekil 6.46) ile teyid edilmiştir. Optik mikroyapı görüntülerinde, tane sınırlarının daha düşük sinter sıcaklıklarındaki mikroyapı görüntülerine oranla çok daha belirgin olması dikkat çekicidir. Sinter sıcaklığı artışı ile birlikte sıvı fazın miktarında artış olması dolayısıyla alüminyum parçacıkların arasını, oluşan ötektik sıvı fazın doldurması, dağlama sırasında tane sınırlarının daha belirgin bir şekilde ortaya çıkmasına sebep olmuştur.

Özellikle 4 saat ve 8 saat sinterlenen Al4Cu numunelerinde ötektik fazın tane sınırlarını doldurduktan bazı bölgelere yerleşerek müstakil ötektik faz kümeleri oluşturduğu görülmüştür (Şekil 6.46-d ve Şekil 6.46-e). Literatürde yapılan bir çalışmada [278] mikroyapıda tespit edilen bu fazın  $\theta$  fazı olduğu rapor edilmiştir.



Şekil 6.46. 600 °C'de sinterlenmiş Al4Cu numuneye ait mikroyapı görüntüleri a) 0,5saat b) 1 saat c) 2 saat d) 4 saat e) 8 saat.

Sinter sonrası tane boyut değerleri grafiği kümülatif olarak Şekil 6.47'de, oransal olarak Şekil 6.48'de ve liste olarak ise Tablo 6.10'da verilmiştir. Sinter süresi arttıkça yapıda nispi bir tane irileşmesi görülmektedir. Özellikle 8 saatlik sinter süresinde 60-65 mikronluk taneler görülmüştür. Tespit edilen en büyük tane boyutu değerlerinde sinter süresindeki artışla birlikte lineer bir artış tespit edilmiştir (Tablo 6.10).

Tjong ve Lau [302], yaptıkları çalışmada nispeten daha pahalı ve endüstriyel uygulamalarda kullanılması zor olan bir yöntemi, sıcak izostatik preslemeyi kullanarak 25 mikronluk alüminyum tozları ile bu çalışmaya benzer tane boyut değerlerine ulaşabilmişlerdir. Tzimas ve Zavaliangos [303] ise dökümle üretilmiş bir 2014 alaşımına soğuk deformasyon uygulayarak benzer tane boyutuna ulaşabilmişlerdir. Martinez [304] hızlı soğuma koşullarında döküm mikroyapısında 30 mikronluk taneler elde edilebileceğini raporlamaktadır. Bekheet ve arkadaşları [305] yaptıkları çalışmada döküm yöntemiyle ürettikleri 2014 alaşımında ortalama tane boyutunu 194 mikron olarak tespit etmişlerdir. Tane boyut değerlerine ve literatürdeki değerlere göre yapı ince taneli olarak sınıflandırılabilecek özelliktedir.



Şekil 6.47. Al4Cu alaşımının 600 °C'de sinter süresine bağlı tane boyut değerleri (kümülâtif)

Sinter Süresi	Tane Boyutu (um)					
Since Suicsi	<u>г</u> и1					
(Saat)	En Kuçuk	Еп Виуик	Ortalama	Standart Sapma		
0,5	07,3	55,5	25,6	10,1		
1	10,8	56,9	25,4	10,1		
2	08,2	59,5	27,4	11,4		
4	12,1	63,4	28,6	10,0		
8	8,9	63,8	28,4	12,5		

Tablo 6.10. 600 °C'de sinterlenen numuneye ait tane boyutu değerleri.



Şekil 6.48. Al4Cu alaşımının 600 °C'de sinter süresine bağlı tane boyut değerleri

600 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımının ikincil electron SEM görüntüsü Şekil 6.49-a'da, fazların daha belirgin görünmesi için aynı bölgenin aynı büyütmede alınmış geri saçınım elektron SEM görüntüsü ise Şekil 6.49-b'de verilmiştir. Daha düşük sıcaklıklarda sinterlenen numunelere göre tane sınırlarının daha belirgin olması dikkat çekmiştir. Tane sınırlarında tespit edilen intermetalik fazların yanısıra bazı noktalarda kümelenmiş intermetalik fazların olduğu gözlemlenmiştir. Önceki sinter çalışmalarında görülen asiküler fazlar (Şekil 6.49-b'de lacivert ok) bu sıcaklıkta da görülmüştür. Aynı zamanda daha düşük sıcaklıklarda sinterlenen numunelerde tespit edilen tanelerarası boşluklar bu numunelerde daha azdır (Şekil 6.49-sarı ok).

Numune üzerinde görülen siyah bölgelerin (Şekil 6.49 b-sarı ok) gerek şekil olarak ve gerekse dağılım olarak incelendiklerinde, metalografik parlatma işlemi sonrası oluşan hatalardan kaynaklı izler olduğu düşünülmektedir.



Şekil 6.49. 600 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının SEM görüntüsü a) ikincil elektron SEM b) geri saçınım elektron SEM

Tane sınırı fazının (Şekil 6.50 Nokta 2) ötektik faz olan  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) olduğu düşünülmektedir ve yapılan EDS analizi sonuçları bunu doğrular niteliktedir. Ağsı şekilde oluşan bu yapı Ögel ve Gürbüz'ün alüminyum ve ağırlıkça % 5 bakır tozlarını 600 C'de sıcak presleyerek ürettiği alaşımla [306] benzerdir. Al5Cu alaşımı iğnemsi faz (Şekil 6.50 Nokta 1) üzerinden yapılan analizde ise bu fazın alüminyumbakır-demir intermetaliği olduğu saptanmış olup XRD analizlerinde tespit edilen Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazının bu noktalarda yoğunlaştığı düşünülmektedir. Sadece tane sınırı bölgelerde değil tane içlerinde de yaklaşık 1 mikron boyutunda ikincil faz parçacıklar tespit edilmiştir (Şekil 6.50- kırmızı ok). Matrisi temsil eden 3 numaralı noktada ise demirin tespit edilmemiş olması, demirin, nispeten yüksek miktarda bakır içeren noktalarda daha yoğun bulunmasına bağlanmıştır. Şekilde 2 numaralı nokta analizinde oksijenin diğer noktalara göre daha fazla olması, bu noktanın sinter öncesinde parçacık temas noktası olmasına ve dolayısıyla parçacık yüzeylerindeki oksidin bu noktada yoğunlaşmış olmasına bağlanmıştır.



Şekil 6.50. 600 °C'de 2 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının SEM görüntüsü ve EDS analizi yapılan noktalar

Nokta		Ağırlık	ça (%)	
	Al	Cu	Fe	0
Genel	94,650	1,854	1,089	1,308
1	71,867	5,480	21,868	0,785
2	94,713	2,198	1,619	1,470
3	96,183	3,024		0,793
4	65,690	4,910	29,400	

Tablo 6.11. Şekil 6.50'de belirtilen noktaların analiz sonuçları

600 °C'de 2 saat sinterlenmiş numunedeki elementel dağılımın tespiti için yapılan EDS element haritalama sonuçları Şekil 6.51'de verilmiştir



Şekil 6.51. 600 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımının elementel haritalama görüntüsü

Elementel haritalama analiz sonuçları da oluşan ötektik fazın tane sınırlarında yoğun bir şekilde bulunduğu bilgisini teyid etmektedir. Aynı zamanda mikroyapıda beyaz renk veren fazın göreceli olarak yüksek miktarda demir içerdiği tespit edilmiştir. Demirin yoğun olduğu bölgelerde bakırın yoğun bir şekilde bulunması ve aynı noktalarda alüminyumun da yer alması bu bölgelerdeki Al-Cu-Fe intermetalik yapısının oluşmuş olduğunu göstermektedir. XRD analizi sonuçları (Şekil 6.52) oluşan bu intermetalik fazın  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) fazı olduğunu göstermiştir. Oksijen ise tane sınırlarında daha fazla miktarda bulunmuş olup, oksijenin parçacık yüzeylerindeki oksit tabasından geldiği düşünülmektedir.



Şekil 6.52. 600 °C'de 2 saat sinterlenen numuneye ait XRD grafiği

XRD analizinde (Şekil 6.49) bulunan fazlar,  $\alpha$  (Al),  $\beta$  (Cu),  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu),  $\delta$ (AlFe<sub>3</sub>) ve  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe)'dır. Literatürdeki bazı çalışmalara [307-310] göre Al-Cu-Fe üçlü sisteminde faz dönüşümü aşağıdaki şekilde gerçekleşmektedir.

$$\beta$$
-Al(Cu, Fe) +  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu(+Al)  $\rightarrow \beta$ +  $\theta$ + Fe<sub>3</sub>Al (6.1)

$$\beta + \theta + Fe_3Al \rightarrow Fe_3Al + \omega - Al_7Cu_2Fe + (\theta)$$
 (6.2)

$$Fe_{3}Al + \omega - Al_{7}Cu_{2}Fe + (\theta) \rightarrow \omega + Fe_{3}Al$$
(6.3)

$$\omega + Fe_3Al \rightarrow \omega + \psi + (Fe_3Al)$$
(6.4)

$$\omega + \psi + (Fe_3Al) \rightarrow \omega + \psi$$
(6.5)

$$\omega + \psi \to \psi \tag{6.6}$$

Bu nedenle yapıda görülen  $\theta$ 'nın sistemde mevcut demir ile birleşerek ve uygun sıcaklıkta  $\omega$  fazına dönüşeceği düşünülmektedir [311]. Mukavemet artırıcı bu yapıların numunelerin eğme dayanımı ve sertlik değerlerinde de (Şekil 6.53) daha



düşük sıcaklıklarda yapılan sinter değerlerine göre artışa neden olduğu gözlemlenmiştir.

Şekil 6.53. 600 °C'de sinterlenen numunelerin eğme dayanımı ve sertlik değerleri

Sertlik değerleri literatürde Al4Cu alaşımı ile yapılmış bir çalışmaya [197] göre daha yüksektir. Literatürdeki başka bir çalışmada da [312] bakır miktarı % 4,5 (ağ.) olmasına rağmen sertlik değeri 55 HB olarak tespit edilmiştir. Mallick ve arkadaşları [313] Al4.5Cu alaşımına hacimce % 15 SiC katarak ancak 38 HB sertliğe ulaşabilmiştir. Gerek dayanımdaki gerekse sertlik değerlerindeki artış sinterleme işleminin 600 °C'de yapılması ile daha iyi sonuç alınabildiğini göstermektedir. Gözeneklilik arttıkça eğme dayanımında bir düşme görüleceği gözönüne alındığında daha yoğun olan numuneler üretmeye imkan veren 600 °C'de (Şekil 6.54) eğme dayanımı daha yüksektir. Sinter süresi ve sıcaklığının artmasının tane büyümesine sebep olacağı bilinmektedir. Standart sapma değerleri de diğer sinter sıcaklıklarına göre daha düşüktür, bu sonuç yapının daha homojen olduğunu göstermektedir. 2 saatin üzerindeki sürelerde dayanımı değerleri Chung ve arkadaşlarının [314]

Al4Cu tozmetal alaşımı için tespit ettiği eğme dayanımı değerlerinden yaklaşık % 50 daha yüksektir.

Numuneler üzerinden tane sınırı olduğu düşünülen bölgelerden alınan EDS analizlerinde sinter süresi arttıkça bakır miktarının arttığı görülmektedir. Bu durum sinter süresi artışıyla birlikte oluşan sıvı faz miktarının artmasına ve oluşan sıvı fazın parçacıklar arasındaki boşluklara yerleşmesine bağlanmaktadır.



Şekil 6.54. Sinter süresi ve sıcaklığına bağlı % yoğunluk değişimi

2 saat sinterlenen numunelerde sinter sıcaklığına bağlı faz dönüşümlerini detaylı görebilmek için XRD grafikleri Şekil 6.55'de verilmiştir.

Dobrzanski ve arkadaşları [315]  $\omega$  fazındaki artışla birlikte sertlikte artış görülebileceğini ortaya koymuşlardır. Keyawa [316] yaptığı çalışmada  $\omega$  fazının sertliğini 653,12 Hv olarak tespit etmiştir. Bu fazın sert bir faz olmasından dolayı bu fazdaki artışla birlikte sertlikteki artış normal olarak değerlendirilmektedir. Rzadkosz ve Staszcak [290] ağırlıça % 1'e kadar demir katkısı ile sertlikte artış sağlanabileceğini, bu değerin üzerinde yapılacak demir katkısının sertlik üzerinde negatif etki yaptığını rapor etmişlerdir. Sun ve arkadaşları [317] Al3.47Cu alaşımına hacimce % 20 SiC katarak sinterleme sonucunda ancak 48 HB sertliğe ulaşabilmişlerdir. Aynı çalışmada ekstrüzyon sonrası sertlik ancak 65 HB'ye ulaşmıştır.

XRD grafiğine göre sinter sıcaklığı artışı ile birlikte  $\theta$  ve  $\omega$  fazı miktarında da artış görülmüştür. Her ne kadar literatürde [222,318] azot gazı ile yapılan sinterlemede işlemlerinde AlN oluşacağı iddia edilse de sinterleme çalışmalarında AlN oluşumu tespit edilememiştir. Dayanımda meydana gelen artışa (Şekil 6.56) sebep olarak gözenekliliğin düşmesinin yanısıra bu iki fazdaki artış da gösterilebilir.



Şekil 6.55. 2 saat sinterlenen Al4Cu numunesinin sinter sıcaklığına bağlı olarak tespit edilen fazlar



Şekil 6.56. Al4Cu alaşımının sinter süresi ve sıcaklığına bağlı eğme dayanımı değerleri

Al4Cu alaşımının sinterleme işlemleri sonucunda en yüksek yoğunluk, sertlik ve eğme dayanımı sonuçlarına 600 °C'de sinterleme yapılması sonucunda ulaşılmıştır. Endüstriyel uygulamalarda gerek enerjiden ve gerekse zamandan tasarruf sağlanması için en kısa sürede sinter işleminin tamamlanması hedeflenir. Bu yüzden 2 saatlik bir sinter işlemi sonucunda gerek yoğunluk ve gerekse dayanım açısından yeterli düzeye ulaşılmış olması optimum sinter şartlarının 600 °C'de 2 saat olduğunu göstermektedir. Tozların şekillendirilmesinde ise büyük maliyet getiren kalıp masraflarının azaltılması için kalıp ömrünün en üst seviyede tutulması istenmektedir [92]. Kalıp ömrünün uzun olabilmesi için kullanılabilecek en düşük basıncın uygulanması esastır. Tozların ham yoğunlukta en yüksek değere ulaşabildikleri en düşük basınç 400 MPa olarak belirlenmiş olup, geliştirilen TM alaşımı için endüstriyel uygulamalarda bu basıncın kullanılması önerilmektedir.

## 6.4.2. Al4Cu0.5Mg alaşımı

Çalışmanın bu kısmında üretilen Al4Cu alaşımına mikro düzeyde (% ağ. 0,5) magnezyum ilavesinin mikroyapı ve dayanım üzerine etkileri incelenmiştir.

Mevcut çalışmada, magnezyumun belirtilen oksit kırıcı özelliği ve ikincil faz oluşturmayı destekleyici özelliğinden faydalanmak için üretilen Al4Cu alaşımına mikro düzeyde (% 0,5 ağ.) magnezyum ilave edilmiştir. Üretilen Al4Cu0.5Mg alaşımının DSC analizi Al4Cu alaşımından elde edilen verilerle karşılaştırmalı olarak Şekil 6.57'de verilmiştir. Analizde ilk dikkat çeken nokta Al4Cu alaşımında görülmeyip Al4Cu0.5Mg alaşımında görülen bir endotermik piktir (Şekil 6.57-ok) ve Al4Cu alaşımında rastlanmadığı için Mg içeren bir reaksiyon olduğu tahmin edilmektedir.



Şekil 6.57. AlCu0.5Mg alaşımının DSC grafiği

DSC grafiği Al-Mg denge diyagramı (Şekil 6.58) ile birlikte incelendiğinde % 17,1'den daha fazla magnezyum bulunması durumunda 450 °C'de ilk sıvı oluşmaktadır. Her ne kadar magnezyum katkısı % 0,5 olsa da magnezyum ve alüminyum parçacıkların temas noktalarında bileşimde yüksek miktarda magnezyum bulunacağı için 450 °C'deki bu endotermik reaksiyonun ilk sıvı fazın oluştuğu sıcaklık olduğu düşünülmektedir. Al-Mg denge diyagramına (Şekil 6.58) göre 450 °C'de  $\beta$  (Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub>) fazı sıvı faza geçmektedir [190,272,273,319,320]. 450 °C'de magnezyumun alüminyum içindeki yayınma katsayısı (4,7 x 10<sup>-14</sup> m<sup>2</sup>/s) bakırın alüminyum içindeki yayınma katsayısının (1,1 x 10<sup>-14</sup> m<sup>2</sup>/s) yaklaşık 4 katıdır, 600 °C'de ise yaklaşık 20 katıdır [72]. Magnezyumun alüminyum içinde çok hızlı yayınması da bu reaksiyonun oluşması için bir başka sebeptir.

DSC analizinde dikkat çeken bir diğer nokta % 0,5 magnezyum ilavesinin Al<sub>2</sub>Cu'nun ergime sıcaklığını yaklaşık 5 °C düşürmüş olmasıdır. Magnezyum ilavesi olmaksızın 550 °C olarak tespit edilen, ötektiğin sıvı faza geçiş sıcaklığı bu alaşımda 546 °C olarak bulunmuştur. Bu bulgu literatürdeki çalışmalar [269,321,322,223] ile uyumludur. Nitekim, Gable ve arkadaşları [321] Al4Cu alaşımına eklenecek

magnezyum ile Al<sub>2</sub>Cu'nun ergime derecesinin düşeceğini tespit etmişlerdir (Şekil 6.59). Ayrıca magnezyum ilavesi arttıkça alaşımın ergime derecesi düşeceği Anderson ve Foley [180] tarafından da raporlanmaktadır



Şekil 6.58. Al-Mg faz diyagramı [321]



Şekil 6.59. Al-Cu-Mg üçlü diyagramının alüminyumca zengin kısmının Al4Cu alaşımı izopleti [321]

Al4Cu0.5Mg alaşımının dilatometre eğrisi (Şekil 6.60) incelendiğinde genleşmenin yaklaşık % 0,8 daha fazla olduğu ve magnezyum ilavesiz numunede 300 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda genleşme hızının düşmesine rağmen % 0,5 magnezyum ilavesi ile birlikte genleşmenin aynı hızda devam ettiği görülmektedir. Bunun sebebi olarak DSC eğrisinde de tespit edildiği gibi sıvı fazın nispeten daha erken oluşumu ve oluşan sıvı fazın ıslatma özelliğinin daha iyi olması gösterilebilir. Yaklaşık 550 °C'deki ani eğim değişimi ise ötektik fazın tamamıyla sıvı faza geçişiyle birlikte hızlı boyut değişimini göstermektedir. Hızlı boyut değişiminin sebebinin bakır ve magnezyum parçacıklarının ötektik sıcaklıkta, sıvı faz içinde çözünmeleri sonrasında bıraktıkları ikincil gözenekler olduğu düşünülmektedir [165,166]. Savitskii [322] ise bu genleşmeyi Kirkendall Etkisi ile açıklamıştır. Saviitski bir başka çalışmasında [185], Al-Cu kompaktlarda sınterleme esnasında genleşmeyi, bakır atomlarının sıvıdan katıya difüzuyonu sonrasında oluşan katmanlara bağlamıştır. 550 °C üzerindeki sıcaklıklarda sıvı faz miktarındaki büyük artışla birlikte boyut değişimi oldukça hızlıdır.

Dilatogramda 450 °C'de görülen küçük eğim farkının ise Al-Mg ötektiğinin oluşmasına ve oluşan bu küçük miktardaki sıvı faza bağlanmaktadır [148]. Oluşan sıvı faz katıyı ıslatabiliyorsa sıvı fazın oluşumundan sonra büyük bir büzülme davranışı görülür [373]. Genleşme davranışının magnezyum ilave edilmiş numunede, magnezyumsuz numuneye göre daha fazla olması (Şekil 6.60) bu alaşımda ıslatmanın daha iyi olmasına bağlanmaktadır.



Şekil 6.60. Al4Cu0.5Mg alaşımı dilatometre eğrisi

Al-Cu-Mg katılaşma diyagramına göre (Şekil 6.61) ağırlıkça % 0,5 magnezyum içeren Al4Cu0.5Mg alaşımının ergime noktası yaklaşık 650 °C'dir (Şekil 6.61kırmızı simge). Fakat bileşimin temas noktalarında ve parçacık merkezlerinde farklı olmasından dolayı ergimenin daha erken oluştuğu düşünülmektedir. α alüminyumun sıvı faza geçiş noktası DSC analizine (Şekil 6.57) göre yaklaşık 600 °C olarak tespit edilmiş olup bu değer magnezyum ilavesiz alaşıma göre yaklaşık 5 °C daha düşüktür.



Şekil 6.61. Al-Cu-Mg katılaşma diyagramı [325] (Eksenler % atomik cinsindendir)

Sinterleme işlemlerinde, Al4Cu alaşımında en yüksek yoğunluk, sertlik ve eğme dayanımına α alüminyumun sıvı faza geçtiği noktanın hemen altındaki bir sıcaklıkta (600 °C) ulaşıldığı için Al4Cu0.5Mg alaşımında da DSC analizine göre benzer özellikteki nokta olan 594 °C kullanılmıştır (Şekil 6.62). Altman ve arkadaşları [223] Al4.4Cu0.5Mg elementel tozları ile yaptıkları çalışmada 595 °C üzeri sinter sıcaklıklarda tane büyümesi oluşacağını rapor etmişlerdir. Delgado ve arkadaşları [174] optimum sinter sıcaklığını elementel Alumix 123 alaşımı için 590 °C, önalaşımlı 2014 alaşımı için ise 570 °C olara tespit etmiş olup, bu çalışmada kullanılan Al4Cu0.5Mg alaşımının DSC sonuçları da literatürdeki bu verilerle uyumludur.



Şekil 6.62. Al4Cu0.5Mg alaşımının sinterlenmesinde kullanılan sıcaklık zaman grafiği

Sinter sonrası yoğunluk değerleri sinterleme süresine bağlı olarak çok büyük bir değişme göstermemektedir (Şekil 6.63). En kısa sürede (0,5 saat) sinterlenen numunenin yoğunluğu ile 4 saat sinterlenen numune arasındaki yoğunluk farkı sadece teorik yoğunluğun % 0,4'ü kadardır. Düşük büyütmede (50X) çekilmiş genel mikroyapı görüntüsünde de makro düzeyde bir gözenek görülmemiştir (Şekil 6.64).



Şekil 6.63. 594 C'de sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının sinter sonrası yoğunluk değerleri



Şekil 6.64. 2 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımı

Al4Cu0.5Mg alaşımı, kimyasal bileşim olarak ticari alaşımlardan ALCOA 201 ve ECKART Alumix 13 alaşımlarına benzemektedir (Tablo 6.12). Yapılan bir çalışmada [283] Alumix 13 önalaşımlı tozunun sinter sonrası yoğunluğunun ancak teorik yoğunluğun % 95'ine kadar ulaşmıştır. ALCOA 201 ve Alumix 13 kullanılan başka bir çalışmada ise [326] ancak ekstrüzyon sonrası % 99 üstü yoğunluklara ulaşılabilmiştir. Behrens ve arkadaşları [327] Alumix 13 tozu ile yaptıkları simülasyon çalışmasında ancak % 98 TY'a ulaşılabileceğini ortaya koymuşlardır. Melusch [101] Alumix-123 önalaşımlı tozlarını ancak sıcak kompaktlama ile % 95 sinter sonrası yoğunluğa çıkarabilmiştir.

Önalaşımlı tozların daha yüksek sertlikte olmasından dolayı daha düşük ham yoğunluğa ulaşabilmeleri dolayısıyla sinter sonrası yoğunluklarının daha düşük olduğu düşünülmektedir. Bu durum bu çalışmamızda elementel tozlar tercih edilmesinin önemli nedenlerinden biridir. Al4Cu0.5Mg alşımına ait sinterlenen numunelerin mikroyapı görünümleri Şekil 6.65'de verilmiştir.

Altman ve arkadaşları yaptıkları çalışmada [223] magnezyum ile mikro düzeyde alaşımlama sonucunda mikroyapıda belirgin bir değişme olmayacağını savunmuşlardır. Ancak bu tez çalışması ile ortaya konan sonuçlar bunu doğrulamamaktadır. Mikroyapı görüntüleri (Şekil 6.65) yapıda bir sıvı fazın oluştuğunu ve parçacıklar arasındaki boşlukları doldurduğu öngörüsünü doğrular niteliktedir. Özellikle 8 saat sinterlenen numunede tane içi çökeltilerde büyük artış dikkat çekmektedir. Bu durum artan sinter süresi ile birlikte tane sınırlarındaki bakırın tane içlerinde ikincil faz parçacık olarak yayınımından dolayıdır. Buna bağlı olarak 8 saat sinterlenen numunede tane sınırları daha kısa süre sinterlenenlere göre daha az belirgindir (Şekil 6.65-e). Bazı tane sınırlarında yığılmış olan ötektik fazın dağlama reaktifi ile reaksiyonu sonucu bazı gözenekler oluşmuşsa da (Şekil 6.65-c sarı ok) dağlanmamış yapılarda bu boşluklar görülmemiştir.

Sinterleme süresine bağlı olarak tane büyümesi ancak 8 saatlik sinterlemede farkedilir boyuta ulaşmıştır (Şekil 6.66 – Tablo 6.12). Tane boyutu değerleri literatürde [102] önalaşımlı 201AB tozları ile elde edilen değerlerin yaklaşık 3'de biri kadar döküm yöntemiyle üretilmiş Al4Cu0.5Mg alaşımının [300] tane boyutunun ise yaklaşık 1/10'u kadardır. Bu durum mevcut çalışma ile ortaya konulan sonuçların etkinliği açısından önemli olarak değerlendirilmiştir. Bu çalışmada elde edilen tane büyümesi oranları ise literatürle [156] uyumludur. Buna ilaveten tane boyut değerleri magnezyum ilave edilmeyen numunelere oranla magnezyumlu numunelerde yaklaşık % 20 daha düşük kalmıştır.



Şekil 6.65. Sinterlenmiş Al4Cu0.5 Mg alaşımı a) 0,5saat b) 1 saat c) 2 saat d) 4 saat e) 8 saat sinter (Ölçü çizgisi "a", "c", "d" ve "e" için 50µm ve "b" için 20µm`dir.



Şekil 6.66. Al4Cu0.5Mg alaşımının farklı sinter sürelerinde sinterlenmesi sonucu oluşan tane boyut değerleri

Sinter Süresi	Tane Boyutu (µm)				
(saat)	En Küçük	En Büyük	Ortalama	Standart Sapma	
0,5	4,7	51,5	15,4	7,36	
1	4,7	51,7	17,2	8,02	
2	4,1	62,6	18,3	9,22	
4	1,4	63,2	19,2	9,31	
8	8,4	72,1	23,7	10,5	

Tablo 6.12. Al4Cu0.5Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut değerleri.

Yarım saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımına yapılan EDS analizinde (Şekil 6.67 ve Tablo 6.13) magnezyumun bir nokta (Şekil 6.67-Nokta 3) dışında tüm yapıda homojen dağılması dikkat çekmiştir. Matrisi temsil eden 2 numaralı noktada ise yüksek miktarda bakır bulunması bakır parçacıklarının yapıda yayınmasının gerçekleştiğini göstermektedir. Tane sınırı fazı olan 5 numaralı noktada ötektik fazın bulunduğu düşünülmektedir. 1 numaralı noktadaki yüksek bakır konsantrasyonu bu bölgenin sinter öncesinde bakır parçacığı olan bir bölgeye yakın temas halinde olduğunu göstermektedir.



Şekil 6.67. 0,5 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının SEM görüntüsü

Nokta		I	Ağırlıkça (%)	
	Al	Cu	Mg	Fe
1	63,142	24,225	0,377	12,256
2	97,105	2,125	0,770	
3	93,935	0,938	2,317	2,810
4	86,633	3,437	0,877	9,053
5	97,521	2,065	0,414	

Tablo 6.13.Şekil 6.67'de belirtilen noktaların EDS analiz sonuçları

Şekil 6.67'de tespit edilen birkaç tanelerarası gözenek, oluşan sıvı fazın tane sınırını doldurma işlemini tamamlaması için yarım saatlik sürenin yeterli olmadığını göstermektedir. Ayrıca 3 numaralı noktadaki ikincil gözenek, difüzyon hızı yüksek olan magnezyum ve bakırın, alüminyum içinde hızlı difüzyonları sonucunda kalan boşluklardır. Bu sebeple bu bölgede magnezyum konsantrasyonu daha yüksektir. Demir bulunan 1, 3 ve 4 numaralı noktaların ortak özelliği bu bölgelerin üçlü ve dörtlü tanelerarası bölgeler olmasıdır. Bu durum bu bölgelerde literatürle uyumlu olarak Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe ( $\omega$ ) fazının oluştuğunu göstermektedir [75, 328].

Aynı numune üzerinde yapılan EDS elementel haritalama görüntülerinde (Şekil 6.68) ise magnezyumun yapıda homojen olarak dağılmış olduğunu gözlenmiştir. Magnezyumun yapıda ince bir şekilde dağılması magnezyumun alüminyumda difüzyon hızının yüksek olması ile açıklanabilir. Magnezyumun alüminyum içindeki difüzyon hızı 500 °C'de 1,91 x  $10^{-9}$  cm<sup>2</sup>/sn olup bakırın aynı sıcaklıkta alüminyum içindeki difüzyon hızının (4,80 x  $10^{-10}$  cm<sup>2</sup>/sn) yaklaşık dört katıdır [276]. Magnezyumun matriste homojen dağılımı literatürde yapılan farklı çalışmalarda da EDS analizleriyle ortaya konmuştur [191,276].



Şekil 6.68. Al4Cu0.5Mg alaşımının yarım saat sinter sonrası elementel haritalama görüntüsü

Elementel haritalama görüntülerinde dikkat çeken başka bir durum da demirin yoğun olduğu bölgelerde bakırın da yoğun olarak bulunmasıdır ve bu durum bölgelerdeki  $\omega$  fazı oluşumuna bağlanmıştır. Bu faz XRD analizleriyle tespit edilmiş olup bulgular tezin ilerleyen bölümlerinde verilecektir. Şekil 6.68'de tespit edilen silisyumun

tozlardan safsızlık olarak gelen silisyum ve oksijen ise yüzey oksidinden gelmektedir.

Alüminyum ve bakırın atom numaraları arasındaki farktan (13,9) dolayı geri saçınımlı elektron SEM görüntülerinde Al-Cu ötektik fazı beyaz görünmektedir [124]. Bu yüzden 2 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının geri saçınımlı elektron modunda SEM görünümü alınmış ve Şekil 6.69'de sunulmuştur. SEM görüntüsünde (Şekil 6.69) gözeneklerin büyük oranda kaybolduğu görülmektedir. Çok az sayıda taneler arası gözeneğin varlığı dikkat çekicidir (Şekil 6.69- kırmızı ok). Mikroyapıda magnezyum içermeyen numunelerde görülen iğnemsi faza da çok küçük miktarlarda rastlanmıştır (Şekil 6.69- Sarı Ok).



Şekil 6.69. 2 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımının SEM görüntüsü

Mikroyapıda bulunan elementlerin tespiti için elementel haritalama yapılmış, sonuçları Şekil 6.70'de verilmiştir. Yarım saat sinterlenen numunede olduğu gibi 2 saat sinterlenen numunede de magnezyum yapı içinde ince ve homojen bir şekilde dağılmıştır. Tane sınırı fazının ise bakırca zengin ötektik faz olduğu elementel haritalama sonuçlarıyla teyid edilmiştir ve bu tespit literatürle uyumludur [162,159].
Yine bakır ve demirin benzer bölgelerde yoğunlaşması bu bölgelerde  $\omega$  fazı oluşumunu ortaya koyar niteliktedir. Silisyumun tane sınırlarında yoğunlaşması Al-Si ötektik fazının oluşma sıcaklığının sinter sıcaklığından daha düşük (577 °C) olmasından kaynaklanmaktadır. Buna göre Al-Si ötektik fazının oluşup sıvı faza geçerek tane sınırlarında biriktiği düşünülmektedir. Dolayısıyla yapıda empürite olarak bulunan silisyum tane sınırlarında tespit edilmiştir. Matris olarak nitelenebilecek bölgelerde demir bulunmaması demirin katı alüminyumdaki düşük çözünürlüğüne bağlanmıştır.



Şekil 6.70. 2 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımı elementel haritalama görüntüsü

8 saatlik sinterleme sonucunda Al4Cu0.5Mg alaşımının mikroyapısında, tane içi ötektik fazların miktarında önemli artış meydana gelmiştir (Şekil 6.71- Kırmızı ok). Yapıda demir bulunması durumunda tane içi ötektik havuzlarının miktarında artış olabileceği literatürde raporlanmaktadır [124].



Şekil 6.71. 8 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımın SEM görüntüsü

Tane içindeki ikincil faz parçacıklardan birinden alınan EDS analizi (Şekil 6.72 -Tablo 6.14) bu parçacıkların ötektik faz ( $\theta$ ) olduğunu ve dolayısıyla sinter sıcaklığında sıvı fazda olduklarını göstermiştir. Gerek sinter sıcaklığının sıvı faz oluşumu için yeterli olması ve gerekse sinter süresinin tane sınırından tane içine doğru difüzyon için yeterli olması tane içi ötektik havuzlarının oluşması için yeterli sebep olarak düşünülmektedir. Bununla birlikte demir içeren alüminyum alaşımlarında tane içi ötektik havuzlarının oluşumu literatürde de karşılaşılan bir durumdur [124].

Atomize alüminyumda bulunan demir AlFe<sub>3</sub> fazındadır. AlFe<sub>3</sub> fazındaki demirin önce ötektik faza geçtiği sonrasında ise tane sınırlarından tane içine doğru ilerleyerek tane içlerinde sıvı faz havuzları oluşturduğu düşünülmektedir. Sıvı faz havuzlarının sinter sonrasında AlFe<sub>3</sub> katılaşarak mikroyapıda beyaz renk verdiği tespit edilmiştir (Tablo 6.1). Matrisi temsil eden 3 numaralı noktada ise sadece alüminyum, bakır ve magnezyum bulunması bakır ve magnezyumun tanelerin merkezine kadar yayındığını göstermektedir. Tane sınırını gösteren 5 numaralı noktada ise alüminyum, bakır ve demir tespit edilmiş olup, yapının ötektik bileşimde olduğu düşünülmektedir.



Şekil 6.72. 8 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımı SEM görüntüsü

Nokta –		Ağ	ğırlıkça (%)		
	Al	Cu	Mg	Fe	Si
1	77,342	15,509	0,623	6,525	
2	69,339	3,913	0,163	21,100	5,484
3	98,256	1,191	0,553		
4	72,535	9,322	0,457	17,151	0,535
5	95,415	1,478	0,776	2,332	

Tablo 6.14. Şekil 6.72'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

8 saat sinterlenen numuneden alınan elementel haritalama görüntüsünde de (Şekil 6.73) tane sınırı fazının Al-Cu ötektiği olduğunu göstermiştir. Bakırın genelde tane sınırlarında bulunduğu, ayrıca tane içlerindeki ötektik faz havuzlarında elementel harita ile bakırın var olduğu tespit edilmiştir. Silisyum bazı tane sınırı bölgelerinin yanısıra Fe içeren bir bölgede de segrege olmuş bir halde tespit edilmiştir. Tane sınırlarındaki silisyum ergime sıcaklığı düşük olan alüminyum-silisyum ikili sisteminin varlığına işaret etmektedir. Demirin genel olarak bakırca zengin bölgelerde yer aldığı da elementel harita analizi sonucunda tespit edilmiştir.



Şekil 6.73. 8 saat sinterlenen Al4Cu0.5Mg alaşımın elementel harita analizi

Al4Cu0.5Mg alaşımının 0,5 saat, 2 saat ve 8 saat sinterlenmesi sonucu yapıda oluşan fazların analizi Şekil 6.74'de verilmiştir. EDS analizlerinde de tespit edildiği üzere yapıda genel olarak alüminyum, bakır ve demirin ikili ve üçlü intermetalikleri ile  $\alpha$ -alüminyum tespit edilmiştir.

Artan sinter süresine paralel olarak yayınan bakır atomu miktarında meydana gelen artışla birlikte  $\theta$  ve  $\omega$  fazı miktarında da bir artış tespit edilmiştir (Şekil 6.74). Özellikle 8 saat sinterlenen numunede bu fazlara ait pikler oldukça belirgindir. Magnezyuma ait veya magnezyum içeren herhangi bir bileşiğe ait pik görülmemiş olması magnezyum ilavesinin düşük olmasına bağlanmaktadır [96,154]. Boland ve arkadaşları Al4.5Cu0.6Mg master alaşımı kullanarak yaptıkları çalışmalarında [160] S fazı görememelerini Cu:Mg oranının büyük olmasına bağlamışlar ve bu oranın düşmesi sonucu bu fazın tespit edilecebileceğini rapor etmişlerdir. S fazı (Al<sub>2</sub>CuMg) tespit edilememesinin başka bir sebebinin de bu fazın piklerinin  $\theta$  fazına çok yakın noktalarda bulunması olarak gösterilebilir. Faz dönüşümlerinin Al4Cu alaşımında tespit edilen dönüşümlerle aynı şekilde olduğu düşünülmektedir. Literatürde Al3.7Cu1.3Mg (Al 2009) alaşımı ile yapılan bir çalışmada da [294] benzer şekilde faz analizlerinde magnezyum içeren intermetalikler tespit edilememiştir. 2 saat sinterlenen numunede  $\theta$  fazı miktarındaki düşme bu sinter süresinde yapıdaki bakırın ω fazı tarafından tüketilmesine bağlanabilir. Benzer durum literatürde daha önce raporlanmıştır [162].



Şekil 6.74. Al4Cu0.5Mg alaşımına ait sinter süresine bağlı XRD grafiği

Alaşıma ait ölçülen sertlik değeri 2 saatlik sinterleme sonucunda en üst seviyeye çıkmış olup bu süreden daha kısa ve daha uzun süreli sinterleme işlemlerinde sertlik yaklasık % 10 daha düsük tespit edilmistir (Sekil 6.75). % 0,5 magnezyum ilayesi ile birlikte sertlikte artış görülmüştür. Magnezyum ilavesiz olarak elde edilen en yüksek sertlik değeri 67 HB iken bu değer % 0,5 magnezyum ilavesi ile yaklaşık % 30 artmıştır. Bu çalışmada 2 saatlik sinterleme sonucu elde edilen sertlik değeri Dasgupta'nin 2014 alaşımı kullanarak döküm metalurjisi ile yaptığı çalışmada [329] ulaştığı değerden daha yüksektir. Yine literatürde mevcut [330] döküm yöntemi ile üretilmiş Al4Cu0.3Mg alaşımının sertlik değeri de 2 saat sinterleme ile üretilmiş Al4Cu0.5Mg alaşımına göre daha düşüktür. Salihu ve arkadaşları [331] döküm yöntemiyle ürettikleri Al4Cu0.5Mg alaşımının sertliğini 73,5 HB olarak tespit etmişlerdir. Upadhyaya ve Rao [332], önalaşımlı 2014 alaşımının sinter sonrası sertliğini 37 HB olarak rapor etmişlerdir. Üretilen alaşımın kompozisyonuna yakın bir bileşimde olan önalaşımlı AA2014 tozları ile yapılan bir çalışmada [172] elde edilen sertlik değerleri de tespit edilenlere göre daha düşüktür. Daha yüksek sıcaklıkta (615 °C) sinterlenen aynı bileşimdeki bir alaşımında sertlik değerinin

[247], bu tez çalışması ile üretilen alaşımın sertlik değerinden daha düşük olduğu görülmektedir. Bunun sebebi olarak mevcut çalışmada elde edilen yapıların daha ince tanelerden oluşması gösterilebilir.

Literatürde ağırlıkça % 1'e kadar yapılacak magnezyum katkısıyla mekanik özelliklerde artış görüleceği rapor edilmiştir [221,203]. Mevcut çalışmada elde edilen eğme dayanımı değerleri de sertlik değerlerine benzer bir şekilde gelişmiştir (Şekil 6.73). Eğme dayanımı değerleri 420 - 440 MPa bandında değişmekle beraber en yüksek eğme dayanımı değerine 2 saatlik sinterleme sonucunda ulaşılmıştır. Magnezyum ilavesi olmadan üretilen numunelere göre magnezyumlu numunelerin eğme dayanımı yaklaşık % 30 daha yüksek olarak gerçekleşmiştir.

Mevcut çalışmada elde edilen eğme dayanımı değerleri (Şekil 6.75) Delgado ve arkadaşlarının 2014 önalaşımlı tozları ile yaptıkları çalışmada [174] ulaştıkları değerlerden daha yüksektir. Chung [301] Al4.4Cu0.5Mg0.7Si önalaşımlı tozmetal alaşımının eğme dayanımını 205 MPa olarak tespit etmiştir. Torralba ve arkadaşları [333] 2014 önalaşımlı tozlarının eğme dayanımını 20 dakika sinterde 160 MPa, 40 dakika sinterde 225 MPa, 60 dakika sinterde 280 MPa olarak raporlamıştır. Dariavach [102] 201AB önalaşımlı tozları ile yaptığı çalışmada ancak 195 MPa eğme dayanımına ulaşabilmiştir. Bunun sebebi olarak Dariavach'ın kullandığı tozlarla elde ettiği mikroyapı görüntülerinde, ortalama tane boyut değerinin 175 µm olması ve bu değerin Al4Cu0.5Mg alaşımının ortalama tane boyut değerlerinden yaklaşık 4 kat daha büyük olması gösterilebilir. MD-24 (Al4.4Cu0.5Mg0.9Si-1.5Wax) alaşımının eğme dayanımının ancak T6 ısıl işlemi sonucunda 495 MPa'ya çıkarılabildiği [75] gözönünde bulundurulduğunda bu tez çalışması ile ulaşılan dayanım değerleri üretilen alaşımların endüstriyel uygulamalarda kullanılabilir olduğunu göstermektedir.

Eğme dayanımı artışına sebep olarak magnezyumun yapıda homojen bir şekilde dağılarak (Şekil 6.68) dislokasyon hareketine engel teşkil etmesinin yanısıra ikincil faz miktarındaki artış gösterilebilir. Uzun sinter sürelerinde ikincil faz çökeltilerin bir araya gelerek kabalaşması sonucunda nispeten daha düşük dayanım değerlerine ulaşıldığı düşünülmektedir. Aynı zamanda tane boyutunda meydana gelen düşme de

(~% 30 - % 40) magnezyum ilavesi yapılmayan alaşıma nispeten görülen dayanım artışının sebeplerinden biri olarak değerlendirilmiştir.



Şekil 6.75. Al4Cu0.5Mg alaşımının zamana bağlı eğme dayanımı ve sertlik değişimi

## 6.4.3. Al4Cu1Mg alaşımı

Çalışmanın bu aşamasında magnezyum ilavesi ağırlıkça % 1 olarak belirlenmiş dolayısıyla alaşımda Cu:Mg oranı 4'e düşürülmüştür. % 1 magnezyum içeren ticari önalaşımlı ve önkarışımlı alüminyum tozlarına örnek olarak ALCAN 22 ve AMPAL 2712 tozları gösterilebilir.

Magnezyum oranındaki artış ile doğal olarak faz dönüşüm sıcaklıklarında da bir değişimin olması beklenmektedir. % 0,5 magnezyum katkılı alaşımda da belirtildiği üzere alaşımın faz dönüşüm noktalarının faz diyagramları üzerinden tam olarak tespit edilememesi nedeniyle %1 Mg katkılı alaşımada DSC analizi yapılmış ve sonucu Şekil 6.76'da verilmiştir. Karşılaştırılabilmesi amacıyla Al4Cu ve Al4Cu0.5Mg alaşımlarının DSC eğrileri de bu grafiğe eklenmiştir. DSC analizinde dikkat çeken noktalardan ilki 450 °C'de görülen endotermik reaksiyonun beklenilen şekilde daha

133

belirgin olmasıdır. 450 °C'de tespit edilen bu pikteki değişikliğin sadece magnezyum artışıyla meydana gelmesinden dolayı bir önceki bölümde (Bölüm 5.3.1) yapılan değerlendirmenin, bu pikin ötektik fazdaki (Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub>) intermetaliğinin sıvıya geçiş sıcaklığını göstermiş olduğu tespitini doğrular niteliktedir [190,296,320]. Artan magnezyum oranıyla birlikte bu reaksiyonun oluşması için daha fazla enerjiye ihtiyaç duymasından dolayı bu endotermik pikin daha derin olması normaldir. Artan magnezyum oranıyla birlikte dönüşüm entalpisi de artmaktadır. Al4Cu alaşımından farklı olarak 514 °C'de bir endotermik pik daha tespit edilmiştir (Şekil 6.76). Al4Cu0.5Mg alaşımının DSC grafiği incelendiğinde 514 °C'deki bu endotermik pikin aslında bu alaşımda da var olduğu ancak Al4Cu1Mg alaşımındaki kadar belirgin olmadığı izlenmektedir. Bu reaksiyonun magnezyumca zengin bölgelerde α'nın sıvıçözeltiye girme noktası olduğu düsünülmektedir. DSC analizlerinde % 0,5 magnezyum ilavesinde olduğu gibi  $\alpha$ - $\theta$  temas noktalarında  $\alpha$ + $\theta$ 'nın ilk sıvı faza geçiş sıcaklığını yaklaşık 4 °C düşürerek 546 °C'ye çektiği görülmüştür. Benzer bir şekilde denge halindeki bölgelerde 0'nın sıvı faza geçiş sıcaklığı da yaklaşık 4 °C daha düşüktür. Magnezyum miktarındaki artışa paralel olarak ötektik ergime sıcaklığında görülen bu düşme literatürle uyumludur [271,223]. Padmavathi ve arkadaşları [171] AMB 2712 önalaşımlı tozları ile yaptıkları çalışmada 570 °C, 590 °C, 610 °C, 630 °C'de sinterleme yapmışlar en yüksek mekanik özelliklere 590 °C'de ulaşmışlardır. Padmavathi ve arkadaşları [171] bu durumu, magnezyum ilavesi ile birlikte ıslatma açısının düşmesine ve oluşan sıvı fazda çözünen ötektik faz miktarının artmasına bağlanmaktadır.



Şekil 6.76. Al4Cu1Mg alaşımına ait DSC grafiği

Dilatometre eğrisinde de (Şekil 6.77) DSC eğrisine (Şekil 6.76) benzer şekilde magnezyum ilavesiz alaşımdan farklı olarak numunenin genleşme hızı 450 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda daha hızlı olarak belirlenmiştir. Sinterleme sıcaklığındaki genleşme miktarı magnezyum ilavesi yapılmamış numuneden % 50, % 0,5 magnezyum ilave edilen numuneden ise yaklaşık % 25 daha fazladır. 450 °C'de tespit edilen endotermik pikin derinliğinin de magnezyum miktarındaki artışla birlikte artması bu sıcaklıkta meydana gelen genleşmenin sebebinin bu sıcaklıkta oluşan sıvı fazda meydana gelen artış olduğu söylenebilir. Sinterleme sıcaklığında meydana gelen genleşmenin Al4Cu ve Al4Cu0.5Mg alaşımından daha fazla olmasının sebebi olaraksa magnezyum miktarındaki artışla ötektik fazın ıslatma kabiliyetinin artması ve dolayısıyla sıvı fazda çözünen alüminyum miktarının artmasından dolayı sıvı fazın hacimce artması gösterilebilir.



Şekil 6.75. Al4Cu1Mg alaşımına ait dilatometre eğrisi

Al4Cu1Mg alaşımı numuneler daha önceki numuneler gibi DSC analizinde belirlenen endotermik pikin hemen altındaki bir sıcaklıkta (590 °C) sinterlenmiştir (Şekil 6.76). Numunelerin sinter sonrası yoğunluk değerlerinde (Şekil 6.77) Al4Cu0.5Mg alaşımına göre kayda değer bir değişim görülmemiştir. Yoğunluk değerlerinde kayda değer bir değişim görülmemesine karşın yoğunlukların standart sapma değerlerinde düşme tespit edilmiştir. Bununla birlikte, yoğunluk değerlerindeki farklılığın en yüksek olduğu seviye 0,5 saat - 2 saat sinter sürelerinde sadece 0,012 gr/cm<sup>3</sup>,tür. Bu fark toz metalurjisi işlemlerinde dikkate alınmayacak kadar küçük bir değerdir. Bu çalışmada elde edilen yoğunluk değerleri literatürde AMB 2712 tozlarıyla yapılmış çalışmalara [167,168,171,250,334-336] kıyasla daha yüksektir. Ham yoğunlukların da literatürdeki çalışmalara [99,168] göre daha yüksek olması sebebiyle sinter sonrası yoğunluklarda literatüre göre farklılık olması normal karşılanmıştır.



Şekil 6.76. Al4Cu1Mg alaşımın sinterlenmesinde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği



Şekil 6.77. Al4Cu1Mg alaşımına ait sinter süresine bağlı yoğunluk grafiği

Optik mikroyapı görüntüleri (Şekil 6.78), yoğunluk ölçümleri sonuçlarıyla (Şekil 6.77) uyumludur. Optik mikroyapılarda sinter süresi değişimiyle porozite miktarında gözle görülür değişiklik saptanamazken, tane sınırı fazındaki kalınlaşma özellikle 4 saat ve daha uzun süre sinterlenen numunede belirgindir. Tane içi ötektik faz havuzlarında da 8 saat boyunca sinterlenen numunede büyük artış gözlemlenmiştir.

Bu durum artan sinter süresi ile birlikte tane içine yayınan bakır miktarındaki artışla açıklanabilir.



Şekil 6.78. 590 °C'de a) 0,5saat b) 1 saat c) 2 saat d) 4 saat e) 8 saat süre ile sinterlenmiş Al4Cu1Mg alaşımı. (Tüm ölçü çizgileri 50µm'yi göstermektedir)

Tane boyutu değerlerinde (Tablo 6.15 ve Şekil 6.79) sinter süresi ile birlikte büyüme görülmesine rağmen elde edilen değerler AMB 2712 önalaşımlı tozları ile yapılan bir çalışmada [132] elde edilenlere göre çok daha düşüktür. Grayson ve arkadaşları [132] AMB 2712 önalaşımlı tozlarını 600 °C'de 0,5 saat sinterleyerek 93,7 µm ortalama tane boyutuna ulaşmışlardır ve bu sonuç mevcut çalışmamızda üretilen

Al4Cu1Mg alaşımının 8 saat sinterlenmesiyle elde edilen değerinin yaklaşık 4 katıdır. Li'nin AMB 2712 önalaşımlı tozuna seramik parçacıklar ilave ederek yaptığı çalışmada [100] elde ettiği tane boyutu değerleri ise bu çalışmada kullanılan Al4Cu1Mg alaşımının yaklaşık 3 katıdır. Padmavathi ve arkadaşları [171] önalaşımlı 2712 tozlarının 590 °C'de sinterleyerek yaklaşık 60 µm, 630 °C'de sinterleyerek 120 um'lik bir tane boyutuna ulaşmışlardır. Kim ve arkadaşlarının [168] 2712 tozları ile yaptığı çalışmada elde ettiği taneler de bu çalışmada elde edilenlerden daha büyüktür. Momeni ve arkadaşlarının [189] 2024 önalaşımlı tozları ile yaptığı çalışmada elde ettiği tane boyutu değerleri de Al4Cu1Mg'den daha büyüktür. Lesniak ve Woznicki'nin [337] 2024 alasımı kullandığı ve döküm metalurjisi ile elde ettiği mikroyapılarda tane boyutu yaklaşık 100-120 µm'dir. Kraft ve arkadaşları [338] Al3.9Cu0.9Mg alaşımının döküm sonrası tane büyüklüğünü yaklaşık 160 µm olarak rapor etmişlerdir. Radojic ve arkadaşları[339] döküm yöntemiyle ürettikleri Al5Cu1Mg alaşımının ortalama tane boyut değerini 166 µm olarak ölçmüştür. Zlaticanin ve arkadaşları [340] ise % 1 (ağ.) magnezyum ilave ettiği Al-Cu alaşımının ortalama tane boyut değerini 233,37 µm raporlamıştır. Bir çalışmada [300] döküm metalurjisi yöntemiyle üretilmiş Al4Cu1Mg alaşımının ortalama tane boyutunun 176,60 µm olarak tespit edildiği gözönünde bulundurulduğunda toz metalurjisi ile üretilmiş Al4Cu1Mg alaşımının mikroyapısı ince taneli olarak değerlendirilebilir.

Sinter Süresi (saat)		Tane Boyutu (µm)				
	En Küçük	En Büyük	Ortalama	Standart Sapma		
0,5 saat	5,4	49,9	17,2	9,93		
l saat	5,1	58,7	17,3	9,38		
2 saat	4,6	63,8	19,2	8,37		
4 saat	5,9	62,7	21,8	9,72		
8saat	6,1	62,9	22,1	9,59		

Tablo 6.15. Al4Cu1Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut değerleri



Şekil 6.79. Al4Cu1Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut grafiği

Yarım saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü (Şekil 6.80) üzerinden alınan EDS analizlerinde (Tablo 6.16) matrisi temsil eden bölgede (Şekil 6.80- Nokta 1) beklendiği gibi alüminyum, bakır ve magnezyum tespit edilmiştir. Tane sınırı olduğu düşünülen farklı noktalardan yapılan analizlerde (Şekil 6.80 – Nokta 2, 3,5) alüminyum, bakır ve magnezyumun yanısıra silisyum ve demir de tespit edilmiştir. Sinterleme mekanizmasının sıvı faz sinterleme olduğu bilindiğinden bu bölgelerde alüminyum bakır ötektiğinin oluşması normal şartlar altında beklenen bir durumdur. Yapıda safsızlık olarak bulunan demir ve silisyumun ötektik faz içinde çözündüğü düşünülmektedir.

Şekil 6.80-4 numaralı noktada ise çin yazısı (chinese script) tarzı bir intermetalik tespit edilmiştir. Literatürde [341] bu fazın Al-Fe-Si intermetaliklerinin genel yapısı olduğu rapor edilmektedir. Bu bilgiyle uyumlu olarak 4 numaralı noktada demir ve silisyum içeriği diğer noktalara göre çok daha fazladır (Tablo 6.16). Mikroyapıda dikkat çeken başka bir unsur ise bazı taneler arası gözeneklerin varlığıdır (Şekil 6.80- Kırmızı ok). Bu gözenekler sinterleme sıcaklığında ( 590 °C) oluşan sıvı fazın tane sınırlarını doldurması için sinterleme süresinin (0,5 saat) yetersiz kaldığını göstermektedir.



Şekil 6.80. 0,5 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü

Nalita		A	ğırlıkça (%)		
nokta -	Al	Cu	Mg	Fe	Si
Genel	95,184	3,020	1,086	0,710	
1	95,685	2,463	1,122	0,731	
2	85,597	3,977	0,843	9,582	
3	77,620	16,113	0,756	4,285	1,226
4	80,633	8,337	0,375	9,413	1,242
5	89,910	2,786	1,213	3,644	2,447

Tablo 6.16. Şekil 6.80'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

2 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü ve EDS analizi yapılan noktalar Şekil 6.81'de analiz sonuçları ise Tablo 6.17'de verilmiştir. SEM görüntüsünde tane içi ötektik havuzların miktarında artan sinter süresi ile birlikte artış tespit edilmiştir. Matrisi temsil eden 1 numaralı noktanın (Şekil 6.81-Nokta 1) analizinde (Tablo 6.17) yarım saat sinterlenen numuneye benzer olarak alüminyum, bakır, magnezyum ve demir tespit edilmiştir. Yer yer yaklaşık 7-8 µm boyundaki beyaz renkli fazın ise silisyum içeren intermetalik faz olduğu tespit edilmiştir. Tane içi ötektik fazların mikron altı boyutta olması sebebiyle her ne kadar EDS analizi probunun boyutu itibariyle ölçüm yeteneği sınırlı olsa da yapılan analizlerde bu fazlarla ilgili fikir sahibi olmak mümkündür. Tane içi ötektik faz havuzu olarak nitelenebilecek Şekil 6.81'de 3 ve 4 numaralı analiz noktaları yaklaşık olarak benzer bileşimdedir ve 3 numaralı noktada demir ve magnezyum bileşimi yüksekken 4 numaralı noktada bakır oranı nispeten daha yüksek ölçülmüştür. Bu durumun 3 numaralı noktadaki intermetaliklerin daha belirgin olmasına sebep olduğu düşünülmektedir. İçiçe geçmiş çok sayıda iğnemsi yapıdaki intermetalikten oluşan 5 numaralı noktada demir bileşimi çok yüksektir. Daha önceki sinter çalışmalarında yapılan analizler ışığında oluşan iğnemsi yapıdaki fazın Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe ( $\omega$ ) fazı olduğu söylenebilir.



Şekil 6.81. 2 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü

Nalita		Α	ğırlıkça (%)		
Nokta	Al	Cu	Mg	Fe	Si
Genel	95,829	2,159	0,933	1,080	
1	96,900	1,524	1,192	0,384	
2	69,286	4,948	0,201	19,399	6,166
3	96,456	1,512	1,080	0,952	
4	96,666	1,861	0,726	0,746	
5	69,932	19,195	0,380	10,492	

Tablo 6.17. Şekil 6.81'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

Elementlerin mikroyapıdaki dağılımını görmek ve oluşması muhtemel fazları daha iyi tespit edebilmek için 2 saat sinterlenen numunenin elementel haritalama

görüntüsü alınmış ve Şekil 6.82'de sunulmuştur. Elementel harita analizinde demirin kümelendiği noktalarda bakırın da yoğun bir şekilde bulunması daha önceki alaşımlarda da görülen  $\omega$  fazının bu alaşımda da bulunduğunu göstermektedir ve bu bilgi XRD analizleriyle de teyid edilmiştir (Şekil 6.83). Tane sınırı fazının Al-Cu ötektik fazı olduğu ve bazı bölgelerde demirin ötektik içinde çözündüğü bazı bölgelerin ise silisyumca zengin olduğu dikkat çekmiştir. Magnezyum ise alüminyum içinde yüksek difüzyon hızının da etkisiyle mikroyapıda homojen bir şekilde dağılmıştır [72,276].



Şekil 6.82. 2 saat sinterlenen Al4Cu1Mg alaşımı elementel haritalama analizi

Al4Cu1Mg alaşımında sinter sonrası oluşan fazların tespiti amacıyla yapılan XRD analizlerinde (Şekil 6.83), % 0,5 magnezyum katkılı alaşımdan farklı birkaç faz daha tespit edilmiştir. Tespit edilen fazlar literatürle [292] uyumludur. Yarım saatlik sinter sonucunda oluşan yapıda α alüminyum dışındaki fazlar çok belirgin değilken sinter süresindeki artışla diğer fazlar da belirgin hale gelmiştir. Magnezyum katkısının % 1'e çıkarılması sonucunda özellikle 8 saatlik sinterleme sonucunda Al<sub>2</sub>CuMg (S) fazı daha belirgin şekilde saptanmıştır. Diğer alaşımdan farklı olarak AlMg fazı da bu alaşımda tespit edilmiştir.

Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazı ile ilgili analizler daha önceki bölümlerde ele alındığı için çalışmanın bu kısmında ayrıca irdelenmemiştir. Sinter süresindeki artışla birlikte Al<sub>2</sub>CuMg ve AlMg fazlarının miktarında da artış tespit edilmiştir.



Şekil 6.83. Al4Cu1Mg alaşımının farklı sinter ürelerinde XRD analiz grafiği

Özellikle 2 saat üzeri sinterleme sürelerinde eğme dayanımında düşme görülmüştür (Şekil 6.84). Eğme dayanımında düşme eğilimi 2 saat üzeri sinterlemede görülürken sertlik değerlerinde düşme 4 saat üzeri sinterlemelerde görülmüştür. 0,5 , 1, 2 ve 4 saat sinterlenen numunelerin sertlik değerleri birbirine çok yakın olmakla (~5-6 HB) beraber 8 saatlik sinterleme sonrasında değer yaklaşık % 20 düşmüştür.

Magnezyum ilavesi yapılmamış numuneye göre sertlik artışı % 25 iken, % 0,5 magnezyum ilavesi yapılmış ve 2 saatten daha kısa süre sinterlenmiş numunelere göre sertlikte artışı yaklaşık % 15'tir. Fakat 2 saat sinterlenen numunelerde magnezyum ilavesinin %0,5 veya % 1 olması herhangi bir değişime sebep olmamıştır.

Bu çalışmada elde edilen sertlik değerleri Badini ve arkadaşlarının [188] döküm yöntemiyle ürettikleri benzer bileşimdeki alaşımdan yaklaşık % 35 daha fazladır.

Gronostajski ve arkadaşları [342] Al4Cu1Mg alaşımının sertliğini ekstrüzyon sonrasında 82 HB olarak tespit etmiş olup ancak ısıl işlemle 92 HB seviyesine çıkarabilmişlerdir. Dudhmande ve arkadaşları [335] ise AMB 2712 önalaşımlı tozmetal alasımının sertliğini ancak T6 ısıl islemi ile 96 HB'ye çıkarabilmiştir. Başka bir çalışmada [343] ise AMB 2712 alaşımının sertliği 70 HV olarak rapor edilmiştir. Emamy ve arkadaşları [344], önalaşımlı AA 2024 (Al4.1Cu1.6Mg0.4Mn0.3Fe0.4Si) tozlarını sinterleyerek 60 HB sertliğe ulaşabilmişlerdir. Literatürdeki çeşitli kaynaklara [345-347] göre 2024 alaşımının döküm sonrası sertliğini 70 HB olarak rapor edilmistir. Ravindran ve arkadasları [348] 2024 önalaşımlı tozunun sinter sonrası sertliğini 52 HB olarak tespit etmişlerdir. Ravindran'ın [348] ulaştığı sertliğin, bu çalışmada kullanılan Al4Cu1Mg alaşımının yaklaşık yarısı kadar olmasının sebebi olarak koruyucu atmosfer kullanmamaları gösterilebilir. Literatürdeki başka bir çalışmada [284] 615 °C'de sinterlenmiş Al4Cu1Mg alaşımının sertliği 55 HB olarak tespit edilmiştir. Özellikle 2 saat ve 4 saat sinterleme sonrası elde edilen sertlik değerleri alaşımın döküm yöntemine göre üstün özellik sergilediğini gösterir niteliktedir.

Eğme dayanımı değerlerinde en yüksek değer 2 saat sinterleme sonrasında elde edilmiştir (Şekil 6.84). Kipouros ve arkadaşları [157], tozmetal alüminyum alaşımlarında optimum magnezyum ilavesinin % 0,5 (ağ.) olduğunu ve bunun üzerindeki magnezyum ilavesinin dayanımda düşüşe sebebiyet vereceğini rapor etse de bu çalışmada Al4Cu0.5Mg alaşımına göre eğme dayanımında tespit edilen artış yaklaşık 10 MPa civarındadır. Bidaki ve Akhlaghi [347] 2014 tozlarını ergiterek oluşturdukları alaşımın eğme dayanımın 110 MPa olarak rapor etmişlerdir. Eğme dayanımı sonuçları Lefebvre ve arkadaşlarının [250] aldıkları eğme dayanımı sonuçları ile uyumludur.

Eğme dayanımında, uzayan sinter süresinde meydana gelen düşme tane büyümesine (Şekil 6.84) ve uzayan sinter süresiyle birlikte intermetalik fazlarda meydana gelen artışa (Şekil 6.79) bağlanabilir. Özellikle 8 saatlik sinter sonucunda intermetalik fazların tane sınırlarında ağ yapı oluşturması (Şekil 6.78) sebebiyle uzayan sinter süresinde kalınlaşan tane sınırlarında, gevrek yapıdaki intermetaliklerin eğme dayanımında düşmeye neden olduğu düşünülmektedir.



Şekil 6.84. Al4Cu1Mg alaşımının eğme dayanımı ve sertlik değerleri

## 6.4.4. Al4Cu2Mg alaşımı

Al4Cu alaşımına % 2 (ağ.) oranında magnezyum ilavesi ile Cu:Mg oranı 2'ye kadar çıkarılmıştır. Literatürde her ne kadar yüksek magnezyum oranlarında mekanik özelliklerde düşme görüleceği rapor [98] edilse de üretilen alaşım için yüksek magnezyum oranlarının mikroyapısal ve mekanik özelliklere etkisinin araştırılabilmesi amaçlı magnezyum oranı arttırılmıştır.

Al4Cu2Mg alaşımının DSC analizinde (Şekil 6.85) magnezyum artışıyla birlikte bazı endotermik reaksiyonların entalpisinde büyük değişimler tespit edilmiştir. Özellikle 450 °C'de tespit edilen endotermdeki değişim çok belirgindir. Bu durum artan magnezyum oranıyla birlikte temas halinde olan alüminyum-magnezyum parçacıklarının miktarındaki artışa bağlanmıştır. Magnezyumun alüminyum içindeki yüksek difüzyon hızından [72] dolayı, yüksek magnezyum içeren bölgelerin oluştuğu ve bu bölgelerde oluşan Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub> fazının sıvı faza geçtiği düşünülmektedir (Şekil 6.58). Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub> intermetaliğinin sıvı faza geçiş sıcaklığının 450 °C olması bu tespiti doğrulamaktadır.



Şekil 6.85. Al4Cu2Mg alaşımının DSC analizi grafiği

Yaklaşık 438 °C'de daha düşük magnezyum bileşimlerinde diğer alaşımlarda görülmeyen düşük entalpide bir endotermik pik daha tespit edilmiştir. Bu endotermin sinterleme esnasında oluşan bir diğer intermetalik olan Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub>'nin sıvı faza geçişini temsil ettiği düşünülmektedir. Al-Mg faz diyagramına (Şekil 6.58) göre de bu fazın sıvı faza geçiş sıcaklığı 437 °C'dir. Bu pikin Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub>'nin sıvı faza geçiş sıcaklığını gösteren endotermik pikte daha az belirgin olması, magnezyumun alüminyum içindeki difüzyonununun alüminyumun magnezyum içindeki difüzyonundan çok daha hızlı olmasıdır. Bunula birlikte tüm Al-Cu reaksiyonundan oluşan endotermik pikler 8-10 °C daha düşük sıcaklıkta meydana gelmiştir. Bunun nedenleri önceki bölümlerde detaylı bir şekilde irdelendiği için çalışmanın bu kısmında ayrıca ele alınmamıştır.

Dilatometre eğrisi (Şekil 6.86) 450 °C'de oluşan sıvı fazın miktarındaki artışla doğru orantılı olarak genleşme miktarında da artış olduğunu göstermektedir. Genleşmenin oluşan sıvı fazın etkisi ile parçacıkların yeniden dizilimi ile oluştuğu bilinmektedir [130,185,273]. Dolayısıyla gerek 450 °C de genleşme miktarında görülen artış ve

gerekse 548 °C üzerinde genleşmede meydana gelen artışa bağlı olarak oluşan sıvı fazın magnezyum ilavesi daha az olan numunelere göre daha fazla genleşme olmasını sağlamıştır. Bu nedenle sinterleme işlemlerinde 575 °C bu karışım için optimum kabul edilmiş ve kullanılmıştır (Şekil 6.87).



Şekil 6.86. Al4Cu2Mg alaşımının dilatometre grafiği



Şekil 6.87. Al4Cu2Mg alaşımın sinterlenmesinde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği

Magnezyum ilavesindeki artışla birlikte numunelerin yoğunluklarında teorik yoğunluğun % 2 – 2,5'u kadar bir düşme görülmektedir (Şekil 6.88). %2'lik magnezyum içeren kompozisyonlar için gözeneklilik miktarı 538 °C'de sinterlenen Al4Cu alaşımının gözeneklilik miktarına yakın belirlenmiştir. Magnezyum ilavesinin yoğunlukta düşmeye sebep olması literatürde [269,284,349] de görülmektedir. Sinter süresindeki artışla birlikte yoğunlukta görülen artışın en yüksek olduğu seviye teorik yoğunluğuğun ancak % 0,5'i kadar gerçekleşmiştir.

Gözeneklilik miktarındaki artışa sebep olarak magnezyum ve alüminyumun birbiri içindeki difüzyon hızlarındaki farktan neden olduğu Kirkendall etkisi gösterilebilir. Magnezyum miktarındaki artışla birlikte oluşan sıvı fazın daha fazla miktarda olması da muhtemel gözeneklilik artış sebebi olarak değerlendirilmiştir (Şekil 6.86). Sıvı fazın fazlalığı parçacıklar arası boşlukların artmasına neden olacaktır. Magnezyum ilavesi ile ilk sıvı fazın ötektik Al-Mg alaşımından dolayı yaklaşık 450 °C'de oluşması ve numunedeki genleşmenin ise bu noktadan sonra daha hızlı gerçekleşmesi bu teoriyi desteklemektedir. Yüksek büyütmede (500X) alınan mikroyapı görüntülerinde tane sınırlarında katılaşan sıvı faz belirgin bir şekilde gözlemlenebilmektedir (Şekil 6.89-Beyaz ok).



Şekil 6.88. Al4Cu2Mg alaşımının sinter süresine bağlı yoğunluk grafiği



Şekil 6.89. 2 saat sinterlenmiş Al4Cu2Mg alaşımının 2 saat sinterleme sonucu oluşan mikroyapı görüntüsü

Numunelerden alınan optik mikroyapı görüntüleri Şekil 6.90'da verilmiştir. Özellikle 8 saat süre ile sinterlenen numunelerde tanelerin nispeten daha büyük olduğu ve 8 saat sinterlenen numunelerde gözenek şeklinin farklı olduğu dikkat çekmektedir. 2 saat ve 4 saat sinterlenen numunelerde ise küresel gözenekler dikkat çekerken 8 saatlik sinterlemede daha küçük tanelerarası gözenekler izlenmiştir. Bu durum 8 saatlik sinterlemede kütle difüzyonu sebebiyle gözeneklerin büyük oranda kapanıp daha küçük parçalar halinde kalmış olmasına bağlanmıştır.



Şekil 6.90. a) 0,5 saat b) 1 saat c) 2 saat d) 4 saat e) 8 saat süreyle sinterlenmiş Al4Cu2Mg alaşımı

Numunelerin tane boyut değerleri (Şekil 6.91 - Tablo 6.18) özellikle 8 saatlik sinterleme sonucunda tane irileşmesinin olduğunu göstermektedir. Yamanoğlu ve arkadaşlarının [350] benzer bileşimde alaşımla döküm yöntemi kullanarak ulaştığı tane boyutu değerleri toz metalurjisi ile üretilenden çok daha büyüktür. Grisha ve Sharma [300] döküm yöntemiyle ürettiği Al4Cu2Mg alaşımının ortalama tane boyut değerini 159 µm olarak rapor etmiştir. Ancak bu çalışmamızda üretilen Al4Cu2Mg alaşımının ortalama tane boyut değeri en yüksek seviyede olduğu 8 saatlik



sinterlemede dahi Grisha ve Sharma'nın [300] sonuçlarınının yaklaşık 1/6'sı kadardır.

Şekil 6.91. Al4Cu2Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut grafiği

Süre	Tane Boyutu (µm)							
Saat	En Küçük	En Küçük En Büyük Ortalama Standart Sapır						
0,5	1,4	37,2	13,9	6,88				
1	3,9	58,1	16,9	9,75				
2	3,7	42,2	15,4	7,68				
4	3,6	69,3	16,0	9,48				
8	4,4	60,8	23,1	11,00				

Tablo 6.18. Al4Cu2Mg alaşımının sinter sonrası tane boyut değerleri

2 saat sinterlenmiş Al4Cu2Mg alaşımının SEM görüntüsünde tane sınırlarının ağsı yapıda olmasının yanısıra tane içi ötektik havuzları kolaylıkla tespit edilebilmektedir. Aynı zamanda tane sınırlarında gözenekler tespit edilmiştir (Şekil 6.92-Kırmızı ok).



Şekil 6.92. Al4Cu2Mg alaşımının 2 saat sinterleme sonrası SEM görüntüsü

2 saat sinterlenen Al4Cu2Mg alaşımının EDS analizlerinde (Şekil 6.93-Tablo 6.19) matrisi temsil eden 1 numaralı noktada alüminyum, bakır ve magnezyumun yanısıra demirde tespit edilmiştir. Matrisi temsil ettiği düşünülen bir diğer alan olan 2 numaralı noktada ise 1 numaralı nokta ile benzer bilesim tespit edilmiş olup tane sınırına yakın olması dolayısıyla bu noktada demir ve magnezyum bileşiminde artış görülmüstür. Tane sınırı olarak tanımlanan 4 numaralı noktanın bileşimi beklendiği gibi matrise oranla daha yüksek miktarda demir içeren alüminyum, bakır ve magnezyum ötektiği şeklindedir. Birbiriyle benzer yapıda olan 3 ve 5 numaralı noktalarda bakır ve demir konsantrasyonu oldukça yüksektir. Özellikle 3 numaralı noktada silisyum oranının yüksek düzeyde tespit edilmiş olması bu bölgede silisyumca zengin sıvı bir ötektik fazın oluştuğuna işaret etmektedir. 5 numaralı noktada çok yüksek oranda bakır bulunmaktadır. Bu durum oluşan alüminyum-bakır ötektik sıvı fazının bu bölgede yoğun bulunduğunu göstermektedir. Bunun sebebinin sinter öncesi bu bölgede bulunan bir bakır parçacığı olabileceği düşünülmektedir. Her ne kadar 6 numaralı noktada tane içi bir ötektik havuzun kimyasal bileşimi tespit edilmek istense de, kullanılan EDS probunun bu ötektik havuzla yaklaşık aynı büyüklükteki bir alandan ölçüm yapması, bu ölçümün güvenirliğini düşürmüştür.

Buna rağmen tespit edilen faz bu noktada alüminyum bakır demir intermetaliğinin oluştuğunu ve tane sınırından bu bölgeye yayındığını göstermektedir [124].



Şekil 6.93. Al4Cu2Mg alaşımının 575 °C'de 2 saat sinter sonucu oluşan SEM görüntüsü ve SEM analizi yapılan noktalar

Nalyta		А	ğırlıkça (%)		
Nokta	Al	Cu	Mg	Fe	Si
Genel	93,854	3,456	1,823	0,867	
1	96,662	1,572	1,483	0,283	
2	95,760	1,454	1,822	0,964	
3	62,733	19,053	0,375	15,423	2,416
4	94,784	1,463	1,839	1,557	0,358
5	60,777	27,196	0,236	11,427	0,364
6	96,437	1,353	1,463	0,747	

Tablo 6.19. Şekil 6.93'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

Al4Cu2Mg alaşımının 8 saat sinterlenmesi sonucu elde edilen mikroyapı görüntüsü Şekil 6.94'de verilmiştir. Tane boyutu ölçümlerinde ve optik mikroyapılarda olduğu gibi SEM görüntüsünde de bazı tanelerde büyüme görülmüştür. Görüntü 2 saat sinterlenen numuneye benzer olmakla beraber beyaz renk veren intermetalik fazda artış tespit edilmiştir. Yapılan EDS analizlerinde (Şekil 6.94 - Tablo 6.20) matris fazının (Şekil 6.94 - Nokta 2) 2 saat sinterlenen numunede olduğu gibi alüminyum bakır ve magnezyumdan oluştuğu görülmüştür. Uzayan sinter süresiyle bağlantılı olarak matriste tespit edilen bakır miktarında da artış görülmüştür. Bu durum bakırın sıvı haldeki tane sınırından katı haldeki taneye difüzyonunun uzayan süreyle birlikte artmasına bağlanmıştır.



Şekil 6.94. Al4Cu2Mg alaşımının 8 saatlik sinterleme sonucu mikroyapısı

Nalita		Α	ğırlıkça (%)		
INUKLA	Al	Cu	Mg	Fe	Si
Genel	93,244	3,382	1,278	0,914	1,182
1	62,101	26,302	0,522	10,967	0,108
2	97,460	1,919	0,474	0,147	
3	59,021	29,244	0,922	10,597	0,216

Tablo 6.20. Şekil 6.94'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

Şekil 6.92'de belirtilen 1 ve 3 numaralı noktaların bileşimi benzerdir. Bu noktalarda demir ve silisyumun diğer noktalara oranla yüksek bulunması demirce zengin Al-Cu intermetaliklerinin bu bölgelerde yoğun şekilde bulunduğunu göstermektedir. Alınan XRD analizlerinde (Şekil 6.95) de bu fazlara ait pikler tespit edilmiştir. Yarım saat

sinterlenen numunede tespit edilen intermetalik faz miktarı 2 saate göre nispeten daha düşüktür. 8 saat sinterlenen numunede ise Al<sub>2</sub>CuMg ve AlMg fazı miktarlarında artış görülmüştür. 8 saatlik sinterlenen numunede intermetaliğin daha az olmasının sebebi olarak tane sınırlarında sıvı faz olarak bulunan bu intermetaliklerin uzun sinter süresinde müstakil olarak tane içine difüze etmeleri gösterilebilir.



Şekil 6.95. Al4Cu2Mg numunesinin XRD analizleri

Alaşımın sertlik değerleri 4 saatlik sinterleme süresine kadar Al4Cu1Mg alaşımının sertlik değerlerine benzerdir (Şekil 6.96). 4 ve 8 saatlik sinterleme sonucunda alaşımın sertlik değerleri Al4Cu1Mg'nin 4 ve 8 saatlik sinterlenmiş numunelerine kıyasla yaklaşık % 17 daha düşük gerçekleşmiştir. Bu durumu sinter süresindeki artışla birlikte numunelerde oluşan gözeneklerin artması ve tane büyümesine bağlamak mümkündür.

Eğme dayanımı değerlerinde de 4 ve 8 saatlik sinter sürelerinde düşme gerçekleşmiştir. Yarım saat sinterlenen numunenin dayanımının en yüksek olmasına karşın hata çubukları dikkate alındığında sonuçlar 1 ve 2 saatlik sinterlenen numuneler ile benzerdir. 8 saat sinterlenen numunelerin XRD sonuçları (Şekil 6.95) bu numunenin intermetalik fazlarında düşmenin olduğunu göstermektedir.

İntermetalik fazlardaki bu düşmenin eğme dayanımında da düşüşe sebep olduğu düşünülmektedir. 8 saat sinterlenen numunenin ortalama tane boyutu 2 saat sinterlenene kıyasla yaklaşık % 33 daha büyüktür (Şekil 6.91). Dayanım düşmesinin bir diğer sebebinin ise iki sinter süresi arasında oluşan bu mikroyapısal farklılıkların olduğu düşünülmektedir. Tane sınırlarının ağsı yapısının daha da kalınlaşması (Şekil 6.90) dayanım düşüşüne katkı vereceği düşünülebilir[291]. Magnezyumun artışı ile dayanımda meydana gelen düşme literatür ile uyumludur. Sercombe [98] çalışmasında ağırlıkça % 0,8'den fazla magnezyum oranlarında dayanımda düşme görülebileceğini rapor etmiştir. Grisha ve Sharma çalışmalarında [300] % 1'den daha fazla magnezyum katkısının Al-Cu-Mg döküm alaşımının çekme dayanımını düşüreceğini ortaya koymuştur. Lumley ve arkadaşları [203] ise magnezyum ilavesi ile sağlanacağını tespit etmişlerdir.



Şekil 6.96. Al4Cu2Mg numunesinin eğme dayanımı ve sertlik değerleri

Sonuç olarak magnezyum ilaveli ve ilavesiz alaşımların sertlik değerleri (Şekil 6.97) toplu halde incelendiğinde her ne kadar en yüksek sertlik değerlerine Al4Cu2Mg alaşımının 2 saat sinterlenmesiyle ulaşılmış olsa da, magnezyum ilavesi yapılmış tüm alaşımların 2 saatlik sinterleme sonucu elde edilen sertlik değerlerinin birbirine çok

yakın olduğu görülmektedir. 2 saatlik sinter süresinde % 0,5 magnezyum ilavesinin sertlik değerinde % 26'lık bir artışa sebep olmuştur. 0,5 saatlik sinterleme sonucunda magnezyum içeriğindeki artışa paralel bir artış görülmüş olup, bu durum magnezyumun parçacık yüzeylerindeki oksidi indirgeme özelliğine bağlanmıştır. 2 saat üzeri sinterleme sürelerinde sertlikte düşme tespit edilmiş olup 8 saatlik sinterlemede elde edilen sertlik değerleri tüm alaşımlar için en düşük değerlerdir. Elde edilen sertlik değerleri 2 saatlik sinterlemenin üretilen alaşımlar için optimum değer olduğunu ortaya koymuştur.



Şekil 6.97. Üretilen alaşımların sertlik değerleri

Üretilen tüm alaşımların eğme dayanımı değerleri birarada incelendiğinde (Şekil 6.98) sertlik değerlerine benzer olarak en yüksek eğme dayanımının 2 saatlik sinterleme sonucu ulaşılabildiği görülmektedir. En yüksek eğme dayanımına Al4Cu1Mg alaşımının 2 saat sinterlenmesi sonucu ulaşıldıysa da hata çubukları da dikkate alındığında (Şekil 6.75 ve Şekil Şekil 6.84) Al4Cu0.5Mg ve Al4Cu1Mg alaşımının 2 saatlik sinter süresinde eğme dayanımları birbirine çok yakındır. Al4Cu1Mg alaşımının bir dezavantajı da 2 saat üzeri sinter sürelerinde dayanımın çok keskin bir şekilde düşmesidir. Bu nedenle Al4Cu0.5Mg alaşımının yapısal



uygulamalar için daha fazla tercih edilebilir bir mühendislik alaşımı olacağı düşünülmektedir.

Şekil 6.98. Üretilen alaşımların eğme dayanımı değerleri

## 6.5. Isıl İşlemler

Çalışmanın bu aşamasında, sinterleme sonucunda en yüksek dayanıma ulaşılmasını sağlayan sinter parametreleri kullanılarak üretilen yeni numuneler üzerinde ısıl işlemin etkileri araştrılmıştır. Sinterleme çalışmasına benzer olarak her bir alaşım ayrı ayrı ısıl işleme tabi tutulmuş ve sonrasında oluşan mikroyapılar incelenmiştir.

## 6.5.1. Al4Cu alaşımı

Al4Cu alaşımı çalışmalara esas teşkil eden bileşim olması sebebiyle ilk olarak ısıl işleme tabi tutulan alaşım olmuştur. Bu alaşıma ait en yüksek dayanım değerleri 600 C'de 2 saat sinterleme sonucunda tespit edilmiş olduğu için (bkz. Bölüm 6.4.1.) ısıl işlemler bu parametrelerle sinterlenen numunelere uygulanmıştır. Alaşıma uygulanan ısıl işlem döküm alüminyum alaşımlarına uygulananla aynı esaslara dayanmakla beraber sinter sonrasında oda sıcaklığına soğuma beklenmeden uygulanan bir

çözeltiye alma işlemini içerdiği için T6 yerine T51 koduyla isimlendirilmektedir. Sercombe ve Schaffer[125] yaptıkları çalışmada sinterlenmiş bir Al-Cu alaşımında T51 ısıl işlemi ile elde edilen dayanım değerlerinin T6 ısıl işlemiyle elde edilene göre daha yüksek olduğunu ortaya koymuşdur.

Üretilen Al4Cu alaşımı numuneler 600 °C'de 2 saat sinterlenmiş sonrasında 540 °C'de 2 saat çözeltiye alınmış, çözeltiye alma sıcaklığındayken su verme işlemi uygulanmış ve son olarak 6, 12, 24 ve 48 saatlik sürelerde 180 °C'de yapay olarak yaşlandırılmıştır (Şekil 6.99).



Şekil 6.99. Al4Cu alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık zaman grafiği

Numunelere ait optik mikroyapı görüntülerinde (Şekil 6.100) yaşlandırma süresindeki artışla mikroyapısal görünüm arasında büyük farklılık olmamakla birlikte özellikle yüksek büyütmede alınan optik mikroyapı görüntülerinde (Şekil 6.101) tane sınırlarındaki incelme dikkat çekicidir. Bu durumun sebebi sinterleme sonucunda tane sınırlarında oluşan Al<sub>2</sub>Cu fazının çözeltiye alma esnasında matris içinde kısmen çözünmesi ve hızlı soğuma ile  $\alpha$ -matriste hapsolmasına bağlanmıştır.

Çözeltiye alma işlemi sonrasında özellikle tane sınırlarında çözeltiye alınamamış bazı intermetalikler tespit edilmiştir (Şekil 6.101 – kırmızı ok). Bu intermetalikler

dışındaki bölgelerde tane sınırları sinter sonrasına göre belirgin şekilde daha incedir. Bu intermetaliklerin bileşiminin tespiti amaçlı yapılan SEM ve EDS analiz sonuçları Şekil 6.102 ve Tablo 6.21'de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre matrisi temsil eden 1 numaralı analiz noktasında alüminyum ve bakır tespit edilmiş olup bu bölgede tespit edilen bakır miktarı çözeltiye alma işleminin başarılı olduğunu gösterecek kadar fazladır. Tanelerarası bir bölgede bulunan 2 numaralı analiz noktasında ise bu bölgenin silisyumca zengin olduğunu göstermektedir. Bu noktada bakırın da en yüksek seviyede olması bu bölgede bakır ve silisyumca zengin bir intermetalik fazın varlığına işaret etmektedir. Tane sınırı fazı olan 3 numaralı nokta beklendiği şekilde alüminyum bakır içermekte ve  $\theta$  fazını temsil etmektedir. 4 numaralı analiz noktası ise sinter sonrası herhangi bir işlem yapılmamış numunelerde de sık sık görüldüğü üzre Al-Cu-Fe intermetaliğini temsil eder bileşimdedir. Bu noktada tespit edilen intermetalik morfolojisi itibariyle Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe'dir ve bu intermetalik alüminyum içinde çözünmediği için çözeltiye alınması mümkün olmamıştır [75,284,351].



Şekil 6.100. Al4Cu alaşımın ısıl işlem sonucu oluşan mikroyapı görüntüsü a) çözeltiye alınmış b) 6 saat yaşlandırılmış c)12 saat yaşlandırılmış d) 24 saat yaşlandırılmış e) 48 saat yaşlandırılmış



Şekil 6.101. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu alaşımı mikroyapısı


Şekil 6.102. Çözeltiye alınmış Al4Cu numunesinin SEM görüntüsü

Nokto -		A	Ağırlıkça (%)	)
INUKIA	Al	Cu	Fe	Si
1	98,398	1,602		
2	68,377	19,262	10,545	1,816
3	97,499	2,501		
4	78,648	15,320	6,032	

Tablo 6.21. Şekil 6.102'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

24 saat yaşlandırılan numunede de (Şekil 6.103) elementel analiz sonuçları (Tablo 6.22) çözeltiye alınmış haldeki numuneye benzerdir. Çözeltiye alınamamış Fe ve Si içeren intermetalikler yapıda kolaylıkla ayırt edilebilmekle beraber tane merkezi olan 3 numaralı noktada bakır tespit edilmesi tane içine bakır difüzyonunu ispatlamaktadır. Bakır difüzyonunun tane sınırından tane içine doğru olduğu bilinmektedir. Tane sınırına daha yakın olan 4 numaralı analiz noktasında 3 numaralı analiz noktasına göre daha fazla bakır tespit edilmesi bakır difüzyonunun tane sınırından tane merkezine doğru olduğu bilinmektedir.



Şekil 6.103. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu alaşımı SEM görüntüsü

Nalita		1	Ağırlıkça (%)	)
INOKIA	Al	Cu	Fe	Si
1	71,495	9,802	14,612	4,091
2	92,316	1,200	4,784	1,700
3	98,359	1,641		
4	97,720	2,280		

Tablo 6.22. Şekil 6.103'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

Daha uzun süre sinterlenen numunelerden alınan SEM görüntüsünde (Şekil 6.104 ve Tablo 6.23) yapıdaki ikincil faz parçacık miktarında artışlar görülmüştür. Özellikle iğnemsi yapıda olan Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe parçacıklarının hacim olarak çözeltiye alınmış ve 24 saat yaşlandırılmış numunelere kıyasla daha fazla olduğunu söylemek mümkündür. Bunun sebebi olarak yapıda safsızlık olarak bulunan demir atomlarının artan yaşlandırma süresi ile birlikte difüzyonla Al<sub>2</sub>Cu içinde çözünerek Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe'yi oluşturması gösterilebilir [49].



Şekil 6.104. 48 saat yaşlandırılmış numuneye ait SEM görüntüsü

Nal-4a		A	Ağırlıkça (%)	)
INOKLA	Al	Cu	Fe	Si
1	62,664	26,305	11,031	
2	82,044	12,644	5,311	
3	67,637	16,135	13,851	2,377

Tablo 6.23. Şekil 6.104'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

Numunelerin sertlik ve dayanım değerlerinde (Şekil 6.105) ısıl işlem görmemiş numunelere göre (Şekil 6.53) artışlar tespit edilmiştir. Isıl işlem görmemiş numunelerde ortalama sertlik 67 HB iken 48 saatlik yaşlandırma sonrasında sertlik değeri % 21'lik artışla 81 HB'ye kadar çıkmıştır. Sertlik değerindeki artış 48 saatlik yaşlandırmada devam etmesine rağmen eğme dayanımı 12 saatten daha uzun yaşlandırma sonrasında bir miktar düşmüş 48 saatlik yaşlandırma sonucunda ise çözeltiye alma işlemi sonucu elde edilen eğme dayanımı değerleri seviyesine gerilemiştir. Literatürde [352] Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazının sertliği 600-700 HV olarak rapor edilmektedir. Dolayısıyla mikroyapıda bu fazın daha belirgin olmasıyla birlikte sertlikte artış yaşanması beklenen bir gelişmedir. Eğme dayanımında ısıl işlem görmemiş numunelere göre dayanım artışı yaklaşık % 8'dir. Eğme dayanımında ise en yüksek değerlere 12 saatlik yaşlandırma işlemi sonucunda ulaşılmıştır (Şekil 6.105). Yaşlandırma işlemi sırasında GP bölgelerinin önce θ" fazına sonrasına ise θ' fazına dönüşümü ile dayanımda artışa bu iki fazın daha sonra  $\theta$ 'ya dönüşmesi ile de dayanımda düşüşe neden olduğu düşünülmektedir.



Şekil 6.105. Al4Cu alaşımının yaşlandırma şartlarına bağlı dayanım grafiği

Eğme dayanımında aşırı yaşlanma ile oluşan düşmenin bir diğer sebebi ise, Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazındaki artışla birlikte matriste daha az miktarda bakır kalması ve dolayısıyla yapıda dağılan Al-Cu intermetaliklerinin daha az oluşmasıdır [353]. ]. İkincil faz çökeltilerinin yaşlandırma süresine bağlı irileşmeleri de mukavemetin düşmesine katkı sağlamaktadır.

Yapılan XRD analizlerinde (Şekil 6.106) yaşlandırma süresindeki artışla birlikte özellikle farklı düzlemlerde  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) fazının oluştuğu gözlemlenmiştir. Bununla birlikte  $\theta$  fazının 24 saat yaşlandırmada en yüksek seviyeye ulaştığı 48 saatlik yaşlandırma işleminde ise seviyesinde düşme görülmüş olması eğme dayanım verileri ile uyumludur. Tespit edilen bir diğer faz ise  $\Upsilon$  (SiO<sub>2</sub>- Cristobalite) fazı olup yaşlandırma süresindeki artışla birlikte bu faz daha düşük miktarlarda tespit edilmiştir.



Şekil 6.106. Al4Cu alaşımın yaşlanma süresine bağlı XRD grafiği. (ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, θ-Al<sub>2</sub>Cu, Y-SiO<sub>2</sub>) (XRD grafikleri gösterge ile aynı sıralamada dizilmiştir.)

## 6.5.2. Al4Cu0.5Mg alaşımı

Al4Cu0.5Mg alaşımına uygulanan ısıl işlem çevrimi Al4Cu alaşımına uygulanan ile aynı olup sinter sıcaklığı 594 °C'dir (Şekil 6.107).



Şekil 6.107. Al4Cu0.5Mg alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği

Mikro düzeyde magnezyum katkısının ısıl işlem sırasında gösterdiği etki optik mikroskop ile tespit edilememiştir (Şekil 6.108). Artan ısıl işlem süresi ile tane büyüklüğünde belirgin bir değişim olduğunu söylemek mümkün değildir. 24 saat yaşlandırılmış numunenin yüksek büyütmede (500X) alınmış bir mikroyapı görüntüsünde (Şekil 6.109) tane sınırlarının bazı bölgelerde çok ince (Şekil 6.109 – kırmızı ok) olmasına rağmen bazı bölgelerde nispeten kalın (Şekil 6.109 – Sarı ok) bir intermetalik fazla kaplı olduğu görülmüştür. Yine yüksek büyütmedeki optik mikroyapı görüntüsünde tane içi ötektik faz havuzları tespit edilmiştir.



Şekil 6.108. Al4Cu0.5Mg alaşımının ısıl işlem süresine bağlı mikroyapı görüntüsü a) çözeltiye alınmış b) 6 saat yaşlandırılmış c)12 saat yaşlandırılmış d) 24 saat yaşlandırılmış e) 48 saat yaşlandırılmış (ölçü çizgisi 50µm.)



Şekil 6.109. 24 saat yaşlandırılmış alaşımın optik mikroyapı görüntüsü (Ölçü çizgisi 20µm.)

12 saat yaşlandırılmış Al4Cu0.5Mg alaşımı üzerinden alınan EDS analizleri yapıda tane sınırlarının bazı yerlerde belirginken bazı yerlerde tespit edilemediğini ortaya koymuştur. Bu durum bazı Al-Cu-Fe intermetaliklerinin çözeltiye alınamaması ile bağlantılıdır. Nitekim Şekil 6.110'da belirtilen 1 numaralı noktada yüksek miktarda demir tespit edilmiş olup, bu parçacığın gerek bileşimi ve gerekse şekli itibariyle Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe intermetaliği olması muhtemeldir. Matris fazını temsil eden 2 ve 5 numaralı analiz noktalarının bileşimi birbirine benzerdir. Tane içi noktalarda bakır bulunması çözeltiye alma işleminin başarılı olduğunu gösterir niteliktedir.



Şekil 6.110. 12 saat yaşlandırılmış numuneye ait SEM görüntüsü

Nalita		Α	ğırlıkça (%)		
INOKIA	Al	Cu	Mg	Fe	Si
1	78,347	14,682		6,971	
2	97,468	1,969	0,563		
3	82,070	3,063	0,384	10,103	3,903
4	93,371	1,545	0,575	4,509	
5	97,187	1,875	0,938		
6	69,812	3,108	0,275	20,246	6,379

Tablo 6.24. Şekil 6.110'da belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

Şekil 6.110'a göre yapıda benzer renk veren 3 ve 6 numaralı analiz noktalarında yüksek demir konsantrasyonu tespit edilmiştir. Yine Şekil 6.110'a göre malzeme oluşan intermetalik fazın BS-SEM görüntüsündeki rengi, içindeki demir ve silisyum oranı arttıkça açılmaktadır. Dolayısıyla tane sınırlarında belirgin olan fazın, çözeltiye alınması mümkün olmayan demir ve silisyum içeren intermetalik fazlar olduğu tespit edilmiştir. 24 saat yaşlandırılmış numuneye ait elementel haritalama görüntüsünde (Şekil 6.111) de özellikle tane sınırlarında kalarak çözeltiye alınamayan ikincil fazların demir ve silisyum içerdikleri tespit edilmiştir. Magnezyumun yapıda mikron altı boyutta ve homojen olarak dağılmış olduğu elementel haritalama ile tespit edilmiştir.



Şekil 6.111. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu0.5Mg alaşımına ait EDS haritalama görüntüleri

Al4Cu0.5Mg alaşımına ait sertlik ve eğme dayanımı değerleri Şekil 6.112'de verilmiştir. Sertlik ölçümlerine göre en yüksek sertlik değerleri 24 saat ve üzeri yapay yaşlandırma ile elde edilmiş olup ısıl işlem sonucu sağlanan sertlik artışı 20 HB'dir ve bu değer ısıl islem görmemis alasıma göre % 22'lik bir sertlik artısını göstermektedir. Optimum yaşlanma şartlarına 24 saatlik yaşlandırma sonucu ulaşılmış daha uzun süreli yaşlanma ile sertlikte düşme tespit edilmiştir. Sertlik değerlerine benzer şekilde eğme dayanımında da en yüksek değerlere 24 saatlik yapay yaşlandırma sonucu ulaşılmıştır. İsil işlemle sağlanan eğme dayanımı artışı yaklasık % 20'dir. Calısma ile alasımın 48 saatlik yaslanma süresinde asırı yaşlanma şartlarına ulaşıldığı ve oluşan çökeltilerin bir araya gelerek daha büyük çökeltiler sebebiyle de dayanımda düşme oluşturması oluştuğu değerlendirmesinde bulunulmuştur. Ayrıca aşırı yaşlanma şartlarında oluşan  $\theta$  fazının alüminyum kafes yapısıyla uyumsuz olması da dayanım düşmesinin bir diğer sebebidir.



Şekil 6.112. Al4Cu0.5Mg alaşımına ait yaşlandırma şartlarına bağlı dayanım grafiği

Bu çalışmada ulaşılan optimum yaşlanma süresi literatürde benzer alaşımın (AA2014) kullanıldığı çalışmalar [354,355] ile uyumludur. XRD analizlerinde (Şekil 6.113) Al<sub>2</sub>CuMg fazı tespit edilememiş olup bu durum alaşımda bulunan magnezyum miktarının XRD analizi ile tespit edilebilecek düzeyde ikincil faz oluşumuna izin verecek düzeyde olmamasından kaynaklanmıştır. Magnezyum katkısı yapılmayan alaşımda olduğu gibi Al4Cu0.5Mg alaşımında da çözeltiye alma sonrası  $\Upsilon$  (SiO<sub>2</sub>) tespit edilmiştir. Bu fazın safsızlık olarak hammaddeden gelen silisyumdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Spinel fazı (Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>) ise tespit edilen bir diğer fazdır.



Şekil 6.113. Al4Cu0.5Mg alaşımının yaşlandırma süresine bağlı XRD grafiği (ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, θ-Al<sub>2</sub>Cu, Y-SiO<sub>2</sub>, ρ-Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, **9**-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

### 6.5.3. Al4Cu1Mg alaşımı

Al4Cu1Mg alaşımında ısıl işlemler 2 saat sinterlenen numunelere uygulanmış olup ısıl işlem parametreleri Al4Cu ve Al4Cu0.5Mg alaşımlarına ugulanan parametrelerle aynıdır (Şekil 6.114).



Şekil 6.114. Al4Cu1Mg alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği

Alaşımın optik mikroyapı görüntülerinde (Şekil 6.115) değişen yaşlandırma süresine bağlı olarak belirgin mikroyapısal faklılıklar gözlenmemekle beraber tane içlerinde ikinci faz parçacıklar rahatlıkla seçilebilmektedir (Şekil 6.116).



Şekil 6.115. Al4Cu1Mg alaşımının ısıl işlem süresine bağlı mikroyapı görüntüsü a) çözeltiye alınmış b) 6 saat yaşlandırılmış c)12 saat yaşlandırılmış d) 24 saat yaşlandırılmış e) 48 saat yaşlandırılmış (Ölçü çizgisi a,b,c ve d için 50µm ve e için ise 20µm'dir.)



Şekil 6.116. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı mikroyapısı

Yapılan EDS analizleri (Şekil 6.117 ve Tablo 6.25) sonrasında tane içi intermetalik parçacıklarda yüksek oranda demir içerdiğine rastlanmıştır. Demir içeren intermetaliklerin çözeltiye alınması mümkün olmadığı için bu parçacıkların yapıda bulunması beklenen bir durumdur [356]. Matrisi temsil eden Şekil 6.117-a 1 ve 2 numaralı noktada alüminyum, bakır ve magnezyum tespit edilmiş olup matriste magnezyum konsantrasyonu yüksektir. Tane sınırında olan Şekil 6.117-a 4 numaralı nokta matrise oranla yüksek bakır içeriğine sahiptir ve bu bölgede tespit edilen demirin, intermetaliğin matris içinde çözünmesini engelleyerek tane sınırı fazı olarak kalmasını sağladığı düşünülmektedir.



Şekil 6.117. 12 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımının SEM görüntüsü a) 500X b) 5000X büyütme

Nokta -		Ağırlıkça (%)					
		Al	Cu	Mg	Fe	Si	
	1	97,128	1,765	1,107			
	2	97,243	1,579	1,178			
a	3	68,185	17,530	0,202	14,083		
	4	93,582	2,624	0,842	2,952		
	1	90,108	2,091	0,808	5,212	1,781	
h	2	93,159	2,731	1,011	1,952	1,146	
U	3	97,347	1,737	0,915			
	4	68,844	20,702	0,475	9,979		

Tablo 6.25. Şekil 6.117'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

Şekil 6.117-a'da çerçeve içine alınmış olan bölgenin yüksek büyütme (5000X) ile alınmış görüntüsü (Şekil 6.117-b) düşük büyütmede görülmeyen bazı mikron altı ikinci faz parçacıkların tespitine imkân sağlamıştır. Yapılan EDS analizleri ile (Tablo 6.25) mikroyapıda yüksek büyütmelerde tespit edilen mikron altı ikincil faz parçacıkların demir ve silisyumca zengin Al-Cu intermetalikleri olduğunu göstermiş, matristen alınan analizde (Şekil 6.117-Nokta 3) ise tane sınırına oldukça uzak bir nokta olmasına rağmen bakır ve magnezyum tespit edilmiştir. 24 saat yaşlandırılan Al4Cu1Mg alaşımının elementel haritalama görüntülerinde (Şekil 6.118) yapıda homojen ve ince bir şekilde dağılmış olan magnezyumun yanı sıra bakırın da dağılımının homojen olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 6.118. 24 saat yaşlandırılan Al4Cu1Mg alaşımı elementel haritalama görüntüsü

Bununla birlikte demir ve silisyum alüminyum ve bakırında yer aldığı tane sınırlarında yoğunlaşmaktadır (Şekil 6.118). Tane sınırı fazının bileşiminin tespiti

için daha yüksek büyütmede alınan çizgi analizinde (Şekil 6.119) silisyum ve demir bileşimi, düşük büyütmede alınan nokta analizlerinde (Şekil 6.120) ise silisyumca zengin 10-15 µm büyüklüğünde intermetalik faz bölgeleri (Şekil 6.120-Nokta 4) tespit edilmiştir.





Şekil 6.119. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı çizgi analizi



Şekil 6.120. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı SEM görüntüsü ve EDS analizi yapılan noktalar

Nalita		Α	ğırlıkça (%)		
NOKLA	Al	Cu	Mg	Fe	Si
1	92,936	4,156	0,878	2,031	
2	94,301	2,383	0,846	2,471	
3	97,481	1,726	0,793		
4	64,923	7,964	0,205	22,051	4,857

Tablo 6.25. Şekil 6.120'de belirtilen noktaların EDS analizi sonuçları

Gerek sertlikte ve gerekse eğme dayanımında tespit edilen en yüksek değerler 24 saat yaşlandırma sonucu elde edilmiş olup eğme dayanımı ve sertlik değişimleri arasında uyum gözlemlenmiştir (Şekil 6.121). Aynı alaşımın ısıl işlemsiz haline göre sertlikteki saptanan artış yaklaşık % 33, eğme dayanımındaki artış ise yaklaşık % 40'tır. Bagaryatsky'e göre Al-Cu-Mg alaşımlarında Cu:Mg oranına bağlı olarak çökelme sertleşmesi aşamaları şu şekildedir [357];

$$SSSS \rightarrow GPB \text{ bölgeleri} \rightarrow S'' \rightarrow S' \rightarrow S (Al_2CuMg)$$
(6.7)

Alaşımın tek fazlı bölgeden hızlı soğutulması ile aşırı doymuş bir katı çözelti (SSSS) oluşturulması ve takip eden yaşlandırma süresince GPB bölgelerinin, S" ve S' fazının oluşması ve aşırı yaşlandırma şartlarında nispeten daha kaba S fazının oluşması ile sonuçlanan bir ısıl işlem süreci gözlemlenmektedir [358]. Dayanım artışının daha düşük magnezyum ilavesi yapılmış alaşıma göre daha fazla olmasının sebebinin Cu:Mg oranının artmasıyla birlikte yapıda ince şekilde çökelen ikincil fazlarına "θ" (Al<sub>2</sub>Cu) ek olarak S (Al<sub>2</sub>CuMg) fazının da olması gösterilebilir [357,358]. Grisha ve Sharma yaptıkları çalışmada [263] Al4Cu alaşımında en iyi yaşlandırma özelliklerinin % 1 Mg ilavesinde gözlemlemişlerdir. Gronoztajski ve arkadaşları [342] Al4Cu1Mg talaşlarının geleneksel yöntemlerle ekstrüzyonu ve yaşlandırılması işlemi sonucunda ancak 92 HB sertliğe ulaşabilmiştir. Akbar ve Yaseen [359] döküm AA2014 alaşımını ancak ekstrüze ederek yakın sertliklere çıkabilmişlerdir. Upadhyaya ve Rao [332] ise önalaşımlı 2014 tozları ile yaşlandırma çalışması sonrasında 60 HB sertliğe ulaşabilmiştir. Mevcut çalışmamızda alınan sertlik değerleri yukarıda belirtilen literatüre göre daha yüksektir.



Şekil 6.121. Al4Cu1Mg alaşımına ait yaşlandırma şartlarına bağlı dayanım grafiği

XRD analizlerinde (Şekil 6.122) daha önceki nispeten düşük magnezyum içeren alaşımda tespit edilememiş olan S (Al<sub>2</sub>CuMg) fazının tespit edilmiş olması alaşımın dayanım artışını sağlayan fazın S ve  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) fazı olduğu düşündürmektedir. Birkaç farklı düzlemde tespit edilmiş olan  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) fazı yapıda yoğun şekilde bulunan bir diğer fazdır. Hammaddede safsızlık olarak bulunan silisyumdan dolayı oluşan SiO<sub>2</sub> ve magnezyumun alüminyum yüzeyinde bulunan oksit tabakası ile reaksiyonundan oluşan Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub> alaşımda saptanan diğer fazlardır. Tespit edilen  $\theta$  fazı 24 saatlik yaşlandırmaya kadar artmış sonrasında ise düşmüştür. Bu fazın 48 saatlik yaşlandırma süresinde yapı içinde diğer intermetalik fazlara, özellikle Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazına dönüştüğü düşünülmektedir. 24 saat üzeri yaşlandırma süresinde dayanımın düşmesinin diğer bir sebebinin yapı içindeki  $\theta$  miktarındaki azalma olduğu söylenebilir.



Şekil 6.122. Al4Cu1Mg alaşımının yaşlandırma süresine bağlı XRD grafiği. (ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, θ-Al<sub>2</sub>Cu, Y-SiO<sub>2</sub>, ρ-Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, S-Al<sub>2</sub>CuMg)

Üretilen alaşımın 24 saat yaşlandırma sonrası eğme dayanımı değeri Padmavathi ve Upadhyaya'nın [171] önalaşımlı 2712 (Al3.8Cu1Mg0.8Si0.3Sn) alaşımına ısıl işlem uygulayarak elde ettiği dayanımdan daha yüksektir. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg numunelerden bir tanesinin eğme testi sonrası mengenede kırılması sonucu ortaya çıkan kırık yüzey BS-SEM görüntüsü Şekil 6.123'de, elementel EDS analizi Tablo 6.26'da verilmiştir. Kırık yüzeyde (Şekil 6.123) özellikle yüksek demir içeren intermetalikler (Şekil 6.123- Nokta 1-2-3) rahatlıkla tespit edilmektedir. Tane sınırı fazı olduğu daha önceki SEM görüntülerinde tespit edilmiş olan bu fazın, kırık yüzeyde yoğun olarak tespiti kırılmanın tane sınırlarında gerçekleştiğini ortaya koysa da, yüksek büyütmede alınan kırık yüzey görüntülerinde (Şekil 6.124) düzlemsel kısımlar (Şekil 6.124-Nokta 1 ve Nokta 4) tespit edilmiştir ve kırılmanın hem tane sınırlarında ve hem de taneler arasından gerçekleşmiş olduğunu göstermiştir. Nitekim genel EDS analizinde de yapıda yüksek bakır tespit edilmesi, tane sınırlarında sinter esnasında sıvı faz sinterleme gereği olarak bakır bulunmasını, ilerleyen aşamada üretimden gelen safsızlıklardan dolayı tane sınırı fazının bir miktar demir ve silisyumu da içermesinden kaynaklanmaktadır. Kırılmanın genel olarak tane sınırlarında gerçekleşmesi dolayısıyla da kırık yüzeyin genel analizinde yüksek miktarda bakır ve safsızlık elementleri tespit edilmesi normal olarak değerlendirilmiştir.



Şekil 6.123. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımın kırık yüzey görüntüsü

Nakta		A	ğırlıkça (%)		
INOKIA	Al	Cu	Mg	Fe	Si
Genel	81,709	10,385	2,611	5,003	0,292
1	67,670	18,409	3,392	9,694	0,836
2	96,753	2,054	1,193		
3	53,499	24,749	1,383	20,369	
4	95,752	1,992	2,257		

Tablo 6.26. Şekil 6.123'de belirtilen noktaların EDS analiz sonuçları

Eğme sonrasında kırılan 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımına ait kırık yüzey görüntüsünde ise (Şekil 6.124) 1 ve 5 numaralı analiz noktalarında gerek sadece alüminyum, bakır ve magnezyumun tespiti ve gerekse bu analiz noktalarının bulunduğu bölgenin şekli bu kısımların kırılma öncesinde tane içi bölgeler olduğunu ispatlar niteliktedir. 1-2 µm kalınlığında bir plaka formunda olan Şekil 6.124-6 numaralı noktadaki yüksek demir miktarı (Tablo 6.27) bu bölgede daha önceki SEM ve XRD çalışmalarında da tespit edilen Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe fazının bulunduğunu göstermektedir. Aynı alaşımdan alınan daha yüksek büyütmedeki kırık yüzey görüntüsü (Şekil 6.125) tane sınırı kırılmasını ve tane içi kırılmayı daha net şekilde ortaya koymaktadır.



Şekil 6.124. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı kırık yüzey görüntüsü

Nalsta		Ağırlıkça	a (%)	
INOKIA	Al	Cu	Mg	Fe
1	96,921	2,082	0,997	
2	66,980	21,813	1,094	10,113
3	68,379	20,919	1,705	8,996
4	94,119	3,287	1,106	1,488
5	95,782	2,745	1,474	
6	77,829	14,707	0,711	6,753

Tablo 6.27. Şekil 6.124'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

24 saat yaşlandırılan Al4Cu1Mg alaşımının kırık yüzeyinin yüksek büyütme SEI-SEM görüntüsü de (Şekil 6.125) taneler arası ve tane içi kırılmaları net şekilde göstermektedir. Tane içi kırılmayı temsil eden Şekil 6.125-1 ve 3 numaralı noktalar sadece alüminyum, bakır ve magnezyum içermektedir ve bileşimleri birbirine çok yakındır (Tablo 6.28). Tane sınırından kopmayı temsil eden 2 numaralı nokta ise demir safsızlığı içermektedir. Bununla beraber kırık yüzey analizlerinden kırılmanın sünek kırılma şeklinde oluştuğu tespit edilmiştir.



Şekil 6.125. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu1Mg alaşımı kırık yüzey görüntüsü

Nalita		Ağırlıkça	a (%)	
Nokta	Al	Cu	Mg	Fe
1	96,328	2,474	1,198	
2	87,971	5,725	1,375	4,929
3	96,488	2,253	1,259	

Tablo 6.28. Şekil 6.125'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

#### 6.5.4. Al4Cu2Mg alaşımı

Al4Cu2Mg alaşımı sinterleme esnasında nispeten düşük dayanım göstermesine rağmen yaşlanma davranışının incelenmesi amacıyla ısıl işleme tabi tutulmuş olup ısıl işlem parametreleri Al4Cu1Mg alaşımı ile aynı seçilmiştir (Şekil 6.126).



Şekil 6.126. Al4Cu2Mg alaşımının ısıl işleminde kullanılan sıcaklık-zaman grafiği

Optik mikroyapı görüntülerinde (Şekil 6.127) sinter sonrası çalışmalarında da tespit edildiği üzere (Bölüm 6.1.7) yapıda tespit edilen intermetalik faz miktarında daha düşük magnezyum içeren alaşımlara göre artış tespit edilmiştir. Tane sınırlarının kolaylıkta tespit edilir olması alaşımdaki ikincil fazların tamamıyla  $\alpha$ -alüminyum içinde çözeltiye alınamadığını göstermekle birlikte daha az magnezyum içeren alaşımlara nispeten bu alaşımda tane sınırı fazı daha belirgindir. Bölüm 6.1.7'de belirtildiği üzere Cu:Mg oranının en yüksek olduğu alaşım olması itibariyle bu alaşımda oluşan sıvı faz miktarı ve dolayısıyla intermetalik miktarı oldukça fazladır. Oluşan ikincil fazın genel olarak tane sınırlarında birikmesi dolayısıyla bu alaşımda tane sınırlarının daha kolay seçilebilir olması normal karşılanmıştır.



Şekil 6.127. Al4Cu2Mg alaşımının ısıl işlem süresine bağlı mikroyapı görüntüsü a) çözeltiye alınmış b) 6 saat yaşlandırılmış c)12 saat yaşlandırılmış d) 24 saat yaşlandırılmış e) 48 saat yaşlandırılmış

Bazı intermetaliklerin dağlama esnasında dağlama reaktifi ile reaksiyonu sebebiyle bu intermetalik fazlar SEM analizi ile irdelenmiştir (Şekil 6.128). Özellikle tane sınırını temsil eden Şekil 6.128-2 numaralı noktada hem demir ve hem de silisyum bulunması (Tablo 6.29) bu bölgedeki demir ve silisyum içeren intermetalik fazların çözeltiye alınamamasını açıklar niteliktedir. Matriste (Şekil 6.128-Nokta 3 ve Nokta 4) ise beklendiği şekilde sadece alüminyum, bakır ve magnezyum tespit edilmiştir. Bazı tane içi ötektik havuzlarında da (Şekil 6.128-Nokta 5) demir ve silisyum içeriği tespit edilmiştir. Tane sınırı fazı olduğu halde diğer bölgelere göre daha açık renk veren ve daha kalın olan Şekil 6.128-1 numaralı nokta edilen en yüksek demir içeriğine sahiptir. Bu noktayı takip eden tane sınırının oldukça ince olması, iki tane arasında yayılmış olan sıvı faz içindeki demirin bu bölgede biriktiğini göstermektedir.



Şekil 6.128. Çözeltiye alınmış Al4Cu2Mg alaşımı SEM görüntüsü

Nalyta		Ağı	ırlıkça (%)		
Nokta	Al	Cu	Mg	Fe	Si
1	73,593	17,501	1,152	7,754	
2	86,324	2,662	2,010	6,128	2,875
3	96,497	1,809	1,694		
4	97,039	0,942	2,019		
5	91,732	1,259	1,739	3,785	1,486

Tablo 6.29. Şekil 6.128'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

6 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımını yüksek büyütmede alınan SEM görüntüsünde (Şekil 6.129) tane sınırında görülen demir ve silisyumca zengin intermetalik fazın tek parçalı ve birleşik olmadığı küçük ikincil faz parçacıkların yanyana dizilmesiyle oluştuğu dikkat çekmiştir (Şekil 6.129-Nokta 2). Matris içine yayınmış olan demir ve silisyumun yapı içinde yaklaşık 1 μm çapında intermetalik havuzları (Şekil 6.129- Nokta 3) oluşturduğu tespit edilmiştir. İntermetalik faz

içindeki demir oranı arttıkça (Tablo 6.30) tane sınırı fazının daha küresel haldeki parçacıklar halinde (Şekil 6.129-Nokta 2) tespiti mümkünken nispeten daha düşük demir oranlarında tane sınırı formunda (Şekil 6.129-Nokta 4) intermetalik faz tespit edilmiştir.



Şekil 6.129. 6 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı SEM görüntüsü

Nalata	Ağırlıkça (%)				
Nokta	Al	Cu	Mg	Fe	Si
1	96,190	1,909	1,901		
2	79,908	3,023	1,106	11,934	4,029
3	92,191	1,722	1,361	3,780	0,946
4	92,509	1,921	1,873	2,337	1,360

Tablo 6.30. Şekil 6.129'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

12 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımının yüksek büyütmede alınmış (5000X) elementel haritalama görüntüsünde de (Şekil 6.130) tane sınırı takibinin sadece silisyum ve demir haritası üzerinden yapılması tane sınırı fazının bu iki elementçe zengin olduğunu göstermektedir. Ayrıca bakırın beyaz renk veren tabakalı intermetalik parçacıkta yoğun bulunmasına rağmen yapı genelinde dağıldığı gözlemlenmiştir.



Şekil 6.130. 12 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı elementel haritalama görüntüsü

24 saat yaşlandırma sonucunda, uzayan yaşlandırma süresi ile birlikte safsızlık olarak tespit edilen demirin küçük bir kısmının matris içine özellikle tane sınırında yakın bölgelere yayındığı tespit edilmiştir (Şekil 6.131 ve Şekil 6.132). Özellikle yüksek büyütmede alınan SEM görüntüsünde (Şekil 6.126) 0,2-0,3 µm çapında tane içi ikincil faz parçacıkları rahatlıkla görülebilmektedir. Tane sınırı fazı ise matrise göre yüksek miktarda demir ve silisyum içermektedir (Tablo 6.31).



Şekil 6.131. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı elementel haritalama görüntüsü



Şekil 6.132. 24 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımı SEM görüntüsü

Nalita		Ağ	ırlıkça (%)		
Nokta	Al	Cu	Mg	Fe	Si
1	87,777	1,316	1,659	6,521	2,728
2	96,706	1,202	1,643	0,306	0,143
3	91,842	2,029	2,315	2,530	1,284
4	85,043	3,142	1,919	7,129	2,767

Tablo 6.31. Şekil 6.132'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

Aşırı yaşlanma şartlarını temsil eden 48 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımın SEM görüntüsü Şekil 6.133'de verilmiştir. Sadece sinterleme işlemi yapılan ve fırında soğutulmuş numunede olduğu gibi yaşlandırılan numunede de bazı tane sınırı poroziteleri tespit edilmiştir (Şekil 6.133-Kırmızı ok). 6 ve 12 saat yaşlandırılan numunelerden farklı bir şekilde, 24 ve 48 saat yaşlandırılan numunelerde matristen (Şekil 6.133-Nokta 2) alınan EDS analizlerinde (Tablo 6.32) düşük miktarda da olsa demir ve silisyum tespit edilmiş olup bu 2 elementin uzayan yaşlandırma süresinde matrise yayındığı ortaya konmuştur. Tane sınırı fazı (Şekil 6.133-Nokta 3) matrise göre daha yüksek miktarda bakır, silisyum, demir ve magnezyum içermektedir. Safsızlık olan demir ve silisyumun bazı bölgelerde (Şekil 6.133- Nokta 1 ve Nokta 4) zenginleşerek 10-20 µm büyüklüğünde intermetalik bölgeleri oluşturduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 6.133. 48 saat yaşlandırılmış Al4Cu2Mg alaşımının SEM görüntüsü

Nokta	Ağırlıkça (%)				
	Al	Cu	Mg	Fe	Si
Genel	94,170	2,198	2,173	1,121	0,337
1	70,066	3,765	0,160	25,153	0,856
2	96,630	1,341	1,695	0,212	0,122
3	94,529	1,663	2,003	1,325	0,480
4	71,922	2,977	0,298	17,688	7,115

Tablo 6.32. Şekil 6.133'de belirtilen noktalara ait EDS analizi sonuçları

Al4Cu2Mg alaşımının ısıl işlem sonucu oluşan ait sertlik ve eğme dayanımı değerleri Şekil 6.134'de verilmiştir. Optimum dayanım değerleri 12 saatlik yaşlandırma ile elde edilmiş olup 48 saatlik yaşlandırma işlemlerinde dayanımda düşme tespit edilmiştir. 12 saatlik ısıl işlem sonucu eğme dayanımında meydana gelen artış sinterleme sonucu üretilen alaşıma göre % 30'luk bir artış tespit edilmiştir. Sertlik değerlerinde sinterleme sonucu elde edilen değere göre artış yaklaşık % 34'dür.



Şekil 6.134. Al4Cu2Mg alaşımının mekanik özelliklerinin yaşlandırma süresine bağlı değişimi

Üretilen Al4Cu2Mg alaşımında tespit edilen fazlar (Şekil 6.135) Al4Cu1Mg alaşımı ile benzer olmasına rağmen magnezyum miktarındaki artışa paralel olarak tespit edilen S (AlCu<sub>2</sub>Mg) miktarı nispeten daha fazladır. XRD analizlerine göre dayanım artışında etkin olan fazlar  $\theta$  ve S fazlarıdır.



Şekil 6.135.. Al4Cu2Mg alaşımının yaşlandırma süresine bağlı XRD grafiği (ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, θ-Al<sub>2</sub>Cu, Y-SiO<sub>2</sub>, ρ-Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>, S-Al<sub>2</sub>CuMg)

Isil işlemler sonucunda alaşımların sertlik ve eğme dayanımı değerleri toplu halde Şekil 6.136 ve Şekil 6.137'de sunulmuştur. Sertlik değeri grafiğine göre en yüksek sertlik yüksek düzeyde magnezyum katkısı yapılmış olan Al4Cu2Mg alaşımının 24 saatlik yaşlandırılması ile elde edilmiştir. Fakat % 2 magnezyum içeren alaşımın aşırı yaşlanma koşullarında sertlik değerlerindeki düşme diğer alaşımlara göre daha keskindir. Alaşımdaki magnezyum miktarına paralel olarak yaşlandırma süresine bağlı sertlik değerleri artmaktadır ve yine magnezyum miktarına paralel olarak alaşımın aşırı yaşlanma koşullarındaki sertliği daha düşüktür. Bu durum magnezyum miktarındaki artışla birlikte oluşan çökeltilerin yapıda daha fazla olmasına ancak aşırı yaşlanma ile bunların irileşerek sertliği düşürmesine bağlanmıştır.



Şekil 6.136. Üretilen alaşımların yaşlandırma süresine bağlı ortalama sertlik değerleri

Eğme dayanımı değerlerinde ise sertlik değerlerinden farklı olarak en yüksek eğme dayanımı değerine % 1 magnezyum ilaveli alaşımın 24 saat yaşlandırılması ile ulaşılmıştır (Şekil 6.137). Magnezyum ilavesindeki artışla birlikte gözeneklilikte meydana gelen artışın daha yüksek magnezyum katkılarında eğme dayanımında düşmeye yol açmaktadır. Ayrıca magnezyum katkısındaki artışla birlikte alüminyumun yüzeyindeki oksidin kırılmasının kolaylaşması dolayısıyla yayınmanın daha kolay olması ve sıvı faz miktarının artmasından dolayı oluşan sıvı fazın artması ve sıvı fazı oluşturan ötektiğin gevrek karakterde olması dayanımdaki düşmeye sebep olan başka bir etkendir.



Şekil 6.137 Üretilen alaşımların yaşlandırma süresine bağlı ortalama eğme dayanımı değerleri

# **BÖLÜM 7. GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER**

#### 7.1. Sonuçlar

Bu çalışmada alüminyum esaslı tozmetal alaşımların elementel tozlar kullanılarak üretilmesi ve ısıl işlemler vasıtasıyla dayanımlarının artırılması amaçlanmıştır. Çalışmalar kapsamında, elementel tozların sinterlenme özellikleri, sinterleme işlemi ile mikroyapı arasındaki ilişki mikroyapısal yöntemler ve termal karakterizayon yöntemleri ile irdelenmiş, mekanik özellikler incelenmiştir. Çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda maddeler halinde sıralanmıştır.

- Atomizasyon yöntemi ile üretilmiş alüminyum ve bakır tozları mekanik yöntemlerle üretilmiş magnezyum tozları kullanılarak 2000 serisi olarak adlandırılan Al-Cu alaşımları başarıyla üretilmiştir.
- Elementel tozların Turbula karıştırıcıda 3 saatlik karıştırma sonucunda homojen olarak karıştırılabildiği tespit edilmiştir. Seramik bilyelerin karıştırma işlemlerinde kullanılması dolayısıyla magnezyum tozlarının diğer tozlar üzerinde ince bir şekilde dağıldığı görülmüş olup bu durum yapı içinde magnezyumun homojen dağılımını kolaylaştırmıştır.
- Tozlar, herhangi bir bağlayıcı veya yağlayıcı kullanılmaksızın tek eksenli presleme ile yüksek yoğunluklu ve ham mukavemeti sinterleme işlemine kadar olan işlemler süresince kırılmayacak kadar yüksek parçalar haline getirilmiştir. HIP, CIP gibi nispeten sınırlayıcı (boyut, sıcaklık vs.) veya sıcak presleme gibi yüksek maliyetli bir yönteme gerek olmaksızın ham parça üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir. Optimum şekillendirme basıncı 400

MPa olarak belirlenmiştir. Toz metalurjisi işlemleri için çok yüksek olarak nitelendirilemeyecek bir basınçla tozların yüksek yoğunlukta şekillendirilebilir olmasının kalıp ömrünün daha uzun olmasına sebep olması beklenmektedir.

- Toz metalurjisi ile üretim safhasında en büyük maliyetlerden birinin kalıp giderleri olduğu gözönünde bulundurulduğunda önalaşımlı tozlara göre daha düşük sertlikteki elementel tozların kullanılması ile kalıp aşınmasından oluşan kalıp giderlerinin bu çalışmada elde edilen alaşımların kullanılması ile en az seviyeye inmesi sağlanmıştır.
- 400 MPa şekillendirme basıncı ile şekillendirilen kompaktların kırılmasıyla elde edilen kırık yüzey görüntüleri şekillendirme esnasında parçacıklarda büyük şekilsel deformasyon olduğunu göstermiştir. Bu durum elementel tozların özellikle ana alaşım elementi olan alüminyumun düşük sertlikte olmasına bağlanmıştır. Büyük plastik deformasyon sonucu parçacıklar arası geniş temas yüzeyleri oluştuğu gözlemlenmiştir.
- Yapılan analizlerle üretilen 4 alaşımda da (Al4Cu, Al4Cu0.5Mg, Al4Cu1Mg, Al4Cu2Mg) sinterleme süresi ile tane boyutu arasında ilişki kurulmuş her bir alaşım için optimum sinter sıcaklığı ve süresi belirlenmiştir.
- Ağırlıkça % 96 Alüminyum ve % 4 Bakır içeren Al4Cu alaşımının DSC grafiğinde biri yaklaşık 549 °C'de diğeri yaklaşık 606 °C'de olmak üzere iki tane endotermik pik tespit edilmiştir. Normal şartlarda ikili denge diyagramında % 4 bakır bileşiminde 549 °C'de herhangi bir faz dönüşümü beklenmemesine rağmen, presleme esnasında özellikle bakır parçacıkları ile temas halinde olan alüminyum parçacıklarının temas yüzeylerinde yüksek bakır konsantrasyonundan dolayı ilk sıvı fazın oluştuğu düşünülmektedir. Bu bulguyu teyid eder nitelikte sinterlenmiş bir kompakt üzerinden yapılan DSC analizinde sadece 606 °C'de bir endotermik pik tespit edilmiştir. Bu durum elementel toz kullanımı ile önalaşımlı tozlara kıyasla sıvı faza daha düşük

sıcaklıkta ulaşıldığını dolayısıyla daha düşük sıcaklıklarda sinterlemenin mümkün olduğunu ortaya koymuştur.

- Al4Cu alaşımı için sinterleme esnasında yapılan dilatometre analizi sonuçları da ilk sıvı fazın oluşumunun hemen sonrasında hızlı bir genleşmenin oluştuğunu ortaya koymuştur.
- Al4Cu alaşımının optimum sinterlenme sıcaklığı 600 °C olarak belirlenmiş olup, optimum sinter süresi 2 saat olarak belirlenmiştir. Bu sıcaklıkta üretilen alaşımın tane boyutu değerleri çok küçük olup döküm yöntemiyle üretilen muadil alaşımların sadece % 20'si kadardır.
- Al4Cu alaşımın 538 °C ve 570 °C sıcaklıklarda yapılan sinterleme işlemlerinde bakırın alüminyum içinde hızlı bir şekilde yayınması sebebiyle Kirkendall Etkisi oluştuğu tespit edilmiştir. Bu sıcaklıklarda bakır alüminyum içinde hızlı bir şekilde yayınırken alüminyum bakır içinde aynı hızla yayınamadığı için gözenekli bir yapı oluşmuş bu yüzden daha düşük yüksek gözenekli numuneler elde edilmiştir.
- Al4Cu alaşımın sinterleme sonucu mikroyapısının  $\alpha$  (Al),  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu),  $\omega$  (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) fazlarından oluştuğu tespit edilmiştir. Hammadde safsızlık olarak bulunan demirin yapıda  $\omega$  fazını oluşturduğu tespit edilmiştir.
- 600 °C'de 0,5 saat sinterlenmiş Al4Cu alaşımının sertlik değeri 570 °C'de 0,5 saat sinterlenen aynı alaşıma göre % 42 daha fazladır. 2 saatlik sinterlemede ise 570 °C'de sinterlenen numunenin sertliği 600 °C'de sinterlenene göre % 27 daha azdır. 600 °C'de 2 saat sinterlenen numunelerin ortalama eğme dayanımı değeri 538 °C ve 570 °C'de sinterlenenlere göre sırasıyla % 48 ve % 25 daha fazladır.
- Al4Cu0.5Mg alaşımının DSC sonuçlarına göre ötektik faz olan θ (Al<sub>2</sub>Cu)`nin sıvı faza geçme sıcaklığının magnezyum ilavesi yapılmayanlara kıyasla 4-5 °C daha düşük olmuş ve 450 °C'de bir endotermik dönüşüm daha görülmüştür. Bu dönüşümün Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub> intermetaliğinin sıvı faza geçişinden

kaynaklandığı tespit edilmiştir. Dilatometre analizi sonuçları da Al4Cu0.5Mg alaşımının genleşmeye Al4Cu alaşımına göre daha düşük sıcaklıkta başlayıp daha fazla genleştiğini ortaya koymuştur. Bu durum oluşan sıvı faz miktarının daha fazla olmasına bağlanmıştır.

- Sinter sonrası yapılan analizlerde gerek karıştırma sonrası halihazırda magnezyumun yapıda homojen olarak dağılmış olmasından dolayı ve gerekse alüminyum içindeki yüksek yayınma hızından kaynaklı mikroyapıda magnezyumun tüm bölgelere homojen olarak dağıldığını göstermiştir.
- 594 °C'de 2 saat sinterlenenen Al4Cu0.5Mg alaşımının ortalama tane boyutu 600 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımından % 34, 570 °C'de 2 saat sinterlenen Al4Cu alaşımından ise % 27 daha küçüktür. Al4Cu0.5Mg alaşımının gerek sertlik ve gerekse eğme dayanımı değerlerinde en yüksek noktaya 2 saat sinterleme sonucu ulaşılmış, aynı şartlarda elde edilen Al4Cu alaşımına göre ise sertlikte yaklaşık % 30 artış geçekleşmiştir. %0,5 Mg katkılı alaşımın eğme dayanımındaki artış ise yaklaşık % 48 olarak gerçekleşmiştir. Magnezyumun mekanik özellikler üzerindeki etkisi Spinel (Al<sub>2</sub>MgO<sub>4</sub>) oluşturarak alüminyum tozları üzerindeki oksidi indirgeyerek yayınmayı kolaylaştırmasına ve yapı içinde dağılarak dislokasyon bariyeri olarak rol almasına bağlanmaktadır. Bu durum, magnezyumun tane irileşmesini engelleyici bir rol üstlenmesi suretiyle mukavemet artışına da bir ölçüde katkı sağlamıştır.
- Ağırlıkça % 1 magnezyum ilave edilmiş alaşımda ötektik fazın sıvıya geçiş sıcaklığı magnezyumsuz numuneye göre 8 °C, % 0,5 magnezyum ilaveliye göre ise 4 °C daha düşüktür. Ayrıca 450 °C'de görülen

$$\alpha_{(\text{katı})} + \text{Al}_8\text{Mg}_{5 \text{ (katı)}} \rightarrow \alpha_{(\text{k})} + \text{Al}_8\text{Mg}_{5(\text{s})}$$
(7.1)

reaksiyonunun entalpisi daha fazladır. Bu durum magnezyum miktarının 2 katına çıkması ile uyumludur. Sıvı faz miktarında görülen artışa paralel olarak dilatometre analizinde tespit edilen genleşme miktarı yaklaşık % 1,5 daha fazladır.

- Al4Cu1Mg alaşımında en yüksek yoğunluk değerlerine 2 saat sinterleme sonucu ulaşılmış olup tüm sinter süreleri için ortalama gözeneklilik değerleri % 1'in altındadır. Bu alaşımda elde edilen ortalama tane boyutu değerleri Al4Cu0.5Mg alaşımına yakındır. 2 saat sinterleme sonucu Al4Cu1Mg alaşımının sertlik değeri 2 saat sinterlenmiş Al4Cu0.5Mg alaşımına çok yakın olmakla birlikte ortalama eğme dayanımı değeri yaklaşık 25 MPa daha fazladır. Bu durum magnezyum miktarındaki artışla birlikte yapıda oksit bariyerinin kırılmasının ve buna bağlı olarak da sıvı faz oluşmasının daha kolay olmasına bağlanmıştır. Aynı zamanda yapıda müstakil dağılan magnezyumun da dislokasyon hareketlerini engellemesi dayanım artışının bir başka sebebidir.
- Al4Cu2Mg alaşımının gözenekliliği ve genleşme miktarı diğer alaşımlara göre daha fazladır. Tane sınırı fazının daha fazla olması sebebiyle tane sınırları daha kalındır bu veriyi destekler nitelikte genleşme miktarı da tüm alaşımlar içinde en yüksek seviyededir. Bununla beraber en küçük tane boyutu değerleri bu alaşımda elde edilmiştir. Küçük tane boyutuna rağmen daha yüksek gözeneklilik göstermesi sebebiyle eğme dayanımı % 0,5 ve % 1 magnezyum içeren diğer 2 alaşıma göre yaklaşık 50 MPa (~% 13) daha düşüktür. Al4Cu2Mg alaşımında sıvı faza daha erken ulaşıldığı için düşük sinter sürelerinde (örn. 0,5 saat) bile dayanım artışı sağlanmıştır.
- Alaşımların tamamı T51 olarak adlandırılan bir ısıl işleme tabi tutulmuştur. T6 ısıl işleminin bir türü olan bu sürece göre alaşımlar sinter sonrası atmosfer kontrollü fırından çıkarılmadan faz diyagramındaki tek fazlı α bölgesinde 2 saat beklenmesi suretiyle tane sınırlarındaki θ fazının α içinde çözünmesi sağlanmış, sonrasında ise numuneler su verilerek hızlı soğutulmuş ve aşırı doymuş katı çözeltiler oluşturulmuştur.
- Al4Cu alaşımının ısıl işlem sonrası mikroyapı görüntülerinde ve XRD analizlerinde demir içeren bazı intermetaliklerin (Örn. Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe) çözeltiye alınamadığı tespit edilmiş olup bu durum bu intermetaliklerin alüminyum
içinde çözünebilir olmamasına bağlanmıştır. α-Al içinde çözünemeyen bu intermetaliklerin tane sınırında da tespit edilmesi dolayısıyla çözeltiye alma sonrasında da tane sınırları rahatlıkla seçilebilmektedir. Al4Cu alaşımının 180 °C sıcaklıkta optimum yaşlanma süresi olarak 12 saat belirlenmiş olup bu süre üzerindeki yaşlandırma sürelerinde eğme dayanımında düşme görülürken sertlikteki artış devam etmiştir. Al4Cu alaşımının ısıl işlem görmemiş durumdaki sertlik değerlerine kıyasla 48 saatlik yaşlandırma sonucunda % 21 artış tespit edilmiştir. Eğme dayanımında ise ısıl işlem sonucu elde edilen dayanım artışı % 8'dir. Al4Cu alaşımının ısıl işlem sonucu XRD analizlerinde Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, Al<sub>2</sub>Cu ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tespit edilmiştir.

- Al4Cu0.5Mg alaşımının optimum yaşlanma süresi gerek sertlik ve gerekse eğme dayanımı değerlerine göre 24 saat olarak belirlenmiştir. Al4Cu0.5Mg alaşımına ısıl işlemle kazandırılan sertlik ve eğme dayanımı artışı % 22 seviyesindedir. 48 saatlik yapay yaşlandırma uygulandığında alaşımın eğme dayanımında düşme tespit edilmiştir.
- Yaşlanma işlemleri sonucunda, Al4Cu1Mg alaşımında daha düşük magnezyum içeren alaşımlarda tespit edilemeyen Al<sub>2</sub>CuMg (S) fazı tespit edilmiş olup alaşımda çökelti sertleşmesine sebep olan fazların Al<sub>2</sub>CuMg ve Al<sub>2</sub>Cu fazları olduğu düşünülmektedir. Bu fazların varlığı XRD analizleriyle de doğrulanmıştır.
- Alaşımlar içinde en yüksek eğme dayanımı değerine Al4Cu1Mg alaşımının 24 saat yaşlandırılması ile ulaşılmıştır. 24 saatlik yapay yaşlandırma sonucu ısıl işlem görmemiş alaşıma göre sağlanan eğme dayanımı artışı % 38 olarak tespit edilmiştir. Eğme testi sonrasında inceleme yapılması amacıyla kırılan yüzeylerden yapılan analizde kırılmanın hem tane sınırlarından ve hem de taneler içerisinden meydana geldiği anlaşılmıştır. Tane sınırı fazı her ne kadar Al<sub>2</sub>Cu olsa da elementel haritalama görüntüleri tane sınırlarında demirli bileşimin var olduğunu ortaya koymuştur. Bu durum çözeltiye alma işleminde Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe gibi demir içeren intermetaliklerin alüminyum içinde çözünmemesinden dolavı tane sınırında kalmasından dolayıdır. Hammaddeden safsızlık olarak gelen demir ve silisyumun alüminyum ve

bakırla ikili, üçlü intermetalik fazlar oluşturduğu ve bu intermetaliklerin çözeltiye alma esnasında Al<sub>2</sub>Cu fazının aksine  $\alpha$ -alüminyum içinde çözünmeyerek tane sınırlarında kalması dolayısıyla gevrek bir tane sınırı fazı oluşturduğu ve kırılmanın ise bu fazları takiben meydana gelmiş olduğu değerlendirmesi yapılmıştır. Demir ve silisyum safsızlığının nispeten az olduğu bölgelerde ise tane sınırı fazı olan Al<sub>2</sub>Cu tamamıyla  $\alpha$ -alüminyum içinde katı eriyik oluşturmuş olduğu gözlemlenmiştir.

- Al4Cu2Mg alaşımın 12 ve 24 saatlik yaşlandırma süresi sonunda elde edilen eğme dayanım değerleri birbirine yakın olup Al4Cu1Mg alaşımına göre daha düşüktür. Bu durum magnezyum miktarının artması ile birlikte gözenekliliğin artmasına ve sinterleme esnasında oluşan sıvı faz miktarının artışına bağlanmıştır. Isıl işlem vasıtasıyla kazandırılan eğme dayanımı artışı yaklaşık % 25 iken sertlik artışı yaklaşık % 38'dir. Alaşımlar arasında en yüksek sertlik değeri (~130 HB) Al4Cu2Mg alaşımının 24 saat yaşlandırılmasıyla elde edilmiştir.
- Çalışmada elde edilen bulgular ışığında elementel tozlarla üretilen alüminyum alaşımlarının gerek önalaşımlı tozlarla üretilen alüminyum alaşımlarına ve gerekse ingot metalurjisiyle üretilen alüminyum alaşımlarına iyi bir alternatif olduğu tespit edilmiştir.

### 7.2. Öneriler

Bu çalışmada elementel tozlarla üretilmiş 2000 serisi bir alüminyum alaşımın sinterlenme ve ısıl işlem davranışları mekaniksel özelliklerine bağlı olarak incelenmiştir. Aşağıda verilen konularda bu çalışmanın daha da geliştirilebileceği değerlendirmesinde bulunulmuştur;

• Bu çalışma ile elde edilen kompozisyonların elektriksel özellikleri de araştırılabilir.

- Yüksek dayanım gösteren Al4Cu1Mg alaşımı üzerine çeşitli elementel tozlar mikro düzeyde ilave edilmek suretiyle mekanik özelliklerin daha da arttırılabilirliği çalışılabilir.
- Üretilen alaşımlar ekstrüzyon, haddeleme, eş kanallı açısal presleme (ECAP) gibi işlemlerden geçirilerek danayım artışı araştırılabilir.
- Bu çalışmada önkarışımla geliştirilen alaşımlara seramik esaslı takviyeler katılarak kompozit yapı davranışı incelenebilir.

### KAYNAKLAR

- [1] KEMPTON, H.R., History of powder metallurgy, ASM Metals Handbook, Vol.7:14–21, 1997.
- [2] RAMAKRISHNAN, P., History of powder metallurgy. Indian. J. Hist. Sci., 18:109–114, 1983.
- [3] PICKENS, J.R., Review: aluminium powder metallurgy technology for high-strength applications. J. Mater. Sci., 16:1437–1457, 1981.
- [4] MOON, J.R., Introduction to PM, A residential training course for young materials engineers. course booklet, 1:1–23, 2007.
- [5] SCHATT, W., WIETERS, K.P., Powder metallurgy, Processing and materials, EPMA Press, 1997.
- [6] TENGZELIUS, J., A pressing need to broadcast virtues of PM processing, Met. Powder. Rep.,62:28–32, 2007.
- [7] NEVILLE, B.P., RABIEI A., Composite metal foams processed through powder metallurgy. Mater. Design, 29(2):388–396, 2008.
- [8] RUDENKO, N., LAPTEV, A., Compaction and properties of highly porous powder parts produced with various pore formers, Mech. Test. Design, 1:82–87, 2011.
- [9] http://www.intechopen.com/books/powder-metallurgy/the-manufactureof-porous-and-cellular-metals-by-powder-metallurgy-processes, Erişim Tarihi:18.03.2013.
- [10] JABUR, A.S., Effect of powder metallurgy conditions on the properties of porous bronze. Powder. Technol., 237:477–483, 2013.
- [11] THURSFIELD, G., STOWELL, M J., Mechanical properties of Al-8 wt % Fe-based alloys prepared by rapid quenching from the liquid state. J. Mater. Sci., 9:1664–1664, 1974.
- [12] DOEL, TJA., BOWEN, P., Tensile properties of particulate-reinforced metal matrix composites. Compos. Part A-Appl S., 27A:655–665, 1996.
- [13] NIEH, TG., WADSWORTH, J., Superplasticity in a powder metallurgy magnesium composite. Scripta. Metal., 32(8):1133–1137, 1995.

- [15] LIU, Z.Y. vd., Experimental and modeling investigation on SiCp distribution in powder metallurgy processed SiCp/2024 Al composites. Mater. Sci. Eng. A., 527(21-22):5582–5591, 2010.
- [16] NEWKIRN, J.W., Powder Metallurgy, Handbook of aluminum, Vol.1., Taylor and Francis, 2003.
- [17] SCAMANS, G., The future of the metals. Mater. Technol., 24(3):129–130, 2009.
- [18] Anonymous, Nonferrous materials. Mach. Design., 66(12):646–665, 1994.
- [19] http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=4192. Erişim Tarihi: 18.03.2013.
- [20] UPADHYAYA, G.S., Sintered metallic and ceramic materials, John Wiley & Sons, 2000.
- [21] SCHUBERT, T.H. vd., Aluminium PM 'is a challenge that industry can overcome. Metal Pow. Rep., 60(3):32–34, 2005.
- [22] Anonymous, Japanese PM shows three years' growth as automotive parts make steady gains. Metal Pow. Rep., 60(6):10–13, 2005.
- [23] Anonymous, New automotive directions for Al-based PM. Metal Pow. Rep., 55(5):28–30, 2000.
- [24] SCHUBERT, T.H. vd., P/M Aluminium structural parts for automotive application. PM2004 Powder Metallurgy World Congress, Vienna, Austria, October 17–21, 2004.
- [25] HALE, T., PM stainless steels uses in automotive exhausts. Metal Pow. Rep., 53(5):22–26, 1998.
- [26] FUJIKI, A., Present state and future prospects of powder metallurgy parts for automotive applications. Mat. Chem. Phys., 67:298–306, 2001.
- [27] SUNDARAM, S.R., Sintered component production in Asia-Oceania. Mat. Chem. Phys., 67:307–310, 2001.
- [28] DOWSON, G., WHITTAKER, D., Introduction to powder metallurgy. EPMA Press, 2008.

- [29] Rapor- Weight reduction with aluminum: part of all cost-effective fuel economy improvement strategies, European Aluminium Association, Erişim: http://www.drivealuminum.org/downloads/research-folder/2012-avl-study-pdf, Eylül, 2012.
- [30] Rapor- EAA Aluminium penetration in cars Final Report, On-Line erişim: http://www.alueurope.eu/wp-content/uploads/2012/04/EAA-Aluminium-Penetration-in-cars\_Final-Report-Public-version.pdf, Mart, 2012.
- [31] HIRSCH, J., Automotive Trends in Aluminium The European Perspective. Mater. Forum, 28:15–23, 2004.
- [32] Anonymous, Big three eye lightweight PM con rods: Aluminium in the spotlight as automakers look for weight loss. Metal Pow. Rep., 58(10):26–27, 2003.
- [33] IMMARIGEON, J.P., Lightweight materials for aircraft applications, Mater. Charact., 35:41–67, 1995.
- [34] CARSLAW, D.C., New Directions: A heavy burden for heavy vehicles: Increasing vehicle weight and air pollution. Atmos. Environ., 40:1561–1562, 2006.
- [35] EDWARDS, K.L., Strategic substitution of new materials for old: Applications in automotive product development. Mater. Design. 2004; 25:529–533.
- [36] POHL, A., Wear resistant sintered aluminium parts for automotive applications. Powder metal., 49:104–106, 2006.
- [37] MILLER, W.S. vd., Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. Mater. Sci. Eng. A., 280:37–49, 2000.
- [38] MOONS, T., A comparative study of two al-mg-si alloys for automotive applications. Scripta Mater., 35(8):939–945, 1996.
- [39] HIRSCH, J., Aluminium alloys for automotive application. Mater. Sci. Forum, 242:33–50, 1997.
- [40] GHASSEMIEH, E., Materials in Automotive Application, State of the Art and Prospects. Erişim: http://cdn.intechopen.com/pdfs/13343/InTech-Materials\_in\_automotive\_application\_state\_of\_the\_art\_and\_prospects.pdf
- [41] MUSFIRAH, A.H., JAHARAH, A.G., Magnesium and aluminum alloys in automotive industry. J. App. Sci. Res., 8(9):4865–4875, 2012.
- [42] PINTO, A.S.A.F., Evolution of weight, fuel consumption and CO<sub>2</sub> of automobiles, Yüksek Lisans Tezi, Universidade Tecnica de Lisboa, Ekim 2009.

- [44] WALDMAN, J., Use of rapidly solidified aluminum alloys in land vehicles, rapidly solidified powder aluminum alloys. M. E. Fine and E. A. Starke, Jr., Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, ASTM STP, 890:39–43, 1986.
- [45] HELMS, H. vd., Energy savings by light-weighting. Institute for Energyand Environmental Research, Project Final Report, Ocak, 2003.
- [46] CHEAH, L. vd. Factor of two: halving the fuel consumption of new u.s. automobiles by 2035. Massachusetts Institute of Technology, Project Final Report, Ekim, 2007.
- [47] ASTHANA, R. vd. Materials science in manufacturing. Academic Press Publications, ABD, 2006.
- [48] GERMAN, R.M., A-Z of powder metallurgy. Elsevier Science Prints, ABD, 2006.
- [49] GERMAN, R.M., Toz metalurjisi ve parçacıklı malzeme işlemleri. Türk Toz Metalurjisi Derneği, Ankara, 2007.
- [50] SUDDUTH, R.D., A new approach to controlling the viscosity of a coating with a blend of particles with significantly different shapes. Pigm. Resign. Technol., 37(6):362–374, 2008.
- [51] THUMMLER, F., OBRACKER, R., Introduction to powder metallurgy. Cambridge University Press, 1993.
- [52] KURT, A.O., Toz metalurjisi dersi ders notları, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, 2011.
- [53] HACIFAZLIOĞLU, H., İnce ve çok ince öğütme için alternatif değirmen tiplerinin tanıtılması. AKÜ Fen Bilimleri Dergisi.,1:17–30, 2009.
- [54] EPHRAIM, D., Roller mills: Precisely reducing particle size with greater efficiency, Powder Bulk. Eng.,06, 2006.
- [55] JENKINS, I., WOOD, J.V., Powder metallurgy: an overview, The Institute of Metals, ABD, 1991.
- [56] HAMILL, J. vd. Water atomized fine powder technology. Proceedings of Powder Metallurgy World Congress, JPMA Ed., Part 1,367–370, Kyoto, Japan, 2000.
- [57] NEIKOV, O.D. vd., Handbook of non-ferrous metal powders, Elsevier Science Prints, Birleşik Krallık, 2009.

- [58] http://www.mpif.org/apmi/doc4.htm, Erişim Tarihi: 18.03.2013.
- [59] WEISSGAERBER, T. ., Introduction to PM, A Residential training course for young materials engineers, course booklet., 135–155, 2007.
- [60] PRICE, P.E., KOHLER, S.P., Cold isostatic pressing of metal powders, ASM Metals Handbook. Vol.7; 444–451, 2004.
- [61] PRICE, P.E., KOHLER, S.P., Hot isostatic pressing of metal powders, ASM Metals Handbook. Vol.7; 419–444, 2004.
- [62] TANAKA, H. vd., Strongly connected ex situ MgB<sub>2</sub> polycrystalline bulks fabricated by solid-state self-sintering. Supercond. Sci. Technol., 25: 115–122, 2012.
- [63] GERMAN, R.M., Sintering theory and practice. Wiley Interscience Publications, ABD, 1996.
- [64] LIU, J. vd. Densification and shape retention in supersolidus liquid phase sintering. Acta Mater., 47(18):4615–4626, 1999.
- [65] DWIGHT, J., Aluminium design and construction, Taylor and Francis, ABD, 2002.
- [66] CHEN, W.F., LUI, E.M., Handbook of structural engineering, CRC Press, ABD, 2005.
- [67] SMALLMAN, R.E., NIGAN, A.H.W., Physical metallurgy and advanced materials. Elsevier Ltd, Birleşik Krallık, 2007.
- [68] HORNBOGEN, E., Hundred years of precipitation hardening. J. Light Met., 1:127–132, 2001.
- [69] http://www.century-offlight.net/Aviation%20history/coming%20of%20age/airships.htm Erişim Tarihi: 18.03.2013.
- [70] YUAN, Y. vd., Isothermal heat treatments of an Al–4.8mass%Cu alloy under high magnetic fields. J. Alloys Compd., 560:127–131, 2013.
- [71] STYLES, M.J. vd. ,The coexistence of two S (Al<sub>2</sub>CuMg) phases in Al-Cu–Mg alloys. Acta. Mater.,60:6940–6951, 2012.
- [72] VOJTECH, D., Challenges for research and development of new aluminum alloys. Metalurgija, 49(3):181–185, 2010.

- [73] NAKAI, M., ETO, T., New aspects of development of high strength aluminum alloys for aerospace applications. Mater. Sci. Eng., A285:62–68, 2000.
- [74] MILLER, W.S. vd., Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. Mater. Sci. Eng., A280:102–107, 2000.
- [75] DAVIS, J.R., Aluminum and aluminum alloys. ASM International, ABD, 1993.
- [76] GUINIER, A., Structure of age-hardened aluminium-copper alloys. Nature, 142:569–570, 1938.
- [77] PRESTON, G.D., Structure of age-hardened aluminium-copper alloys. Nature, 142:570, 1938.
- [78] SMITH, W.F., Mühendislik alaşımlarının yapı ve özellikleri. Cilt.2, Çeviri:Mehmet ERDOĞAN, Nobel Yayınevi, Ankara, 2000.
- [79] ASM Metals Hanbook, Vol.3, Alloy phase diagrams. ASM, ABD, 1992.
- [80] POLMEAR, I.J., Aluminium alloys a century of age hardening. Mater. Forum, 28:114, 2004.
- [81] WANG, S.C., STARINK, M.J., Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys. Int. Mater. Rev.50(4):1–23, 2005.
- [82] YAN, J.,Strength modeling of Al-Cu-Mg type alloys, Doktora tezi, University of Southampton, Birleşik Krallık, 2006.
- [83] RINGER, S.P. vd., Origins of hardening in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys, Acta Mater., 45(9)3731–3744, 1997.
- [84] GRIFFITH, W.M., Effects of chemistry and processing on the fracture related properties of P/M aluminum alloy CT91. Doktora tezi, University of Cincinnati, ABD, 1984.
- [85] DAGLEISH, J.F., An investigation of aluminum-iron alloys from powders as possible electrical strip. Yüksek lisans tezi, University of Windsor, Kanada, 1967.
- [86] HAY-SULTAN, A.K., The powder metallurgy of the Iron-Aluminum system. Yüksek lisans tezi, The University of Western Ontario, Kanada, 1971.
- [87] PETIT, J.I., Structure and properties of three powder metallurgically processed Al-Cu-Mg alloys, Yüksek lisans tezi, Massachusetts Institute of Technology, ABD, 1980.

- [88] FLUMERFELT, J.F., Aluminum powder metallurgy processing, Doktora tezi, Iowa State University, ABD, 1999.
- [89] YAMANOĞLU, R., Atomizasyon teknikleri ile toz üretimi, sinterlenmesi ve karakterizasyonu. Doktora tezi, Kocaeli Üniversitesi, 2011.
- [90] La DELPHA, A.D.P., Metallurgical characterization of a commercial 7xxx series aluminum P/M alloy. Yüksek lisans tezi, Dalhousie University, Kanada, 2008.
- [91] MOSHER, M.P.,Effects of Cr addition on the metallurgy and P/M processing response of Alumix 431D. Yüksek lisans tezi, Dalhousie University, Kanada, 2009.
- [92] HEARD, D.W., Methods to improve density and mechanical properties of a commercial hypereutectic aluminum-silicon powder metallurgy alloy. Yüksek lisans tezi, Dalhousie University, Kanada, 2009.
- [93] MOSHER, W.G.E., Processing and development of aluminum-silicon powder metallurgy alloys for hot forging technologies, Yüksek lisans tezi, Dalhousie University, Kanada, 2010.
- [94] Mc ASKILL, I.A., Development of Al-Ni-Mg powder metallurgy alloys. Yüksek lisans tezi, Dalhousie University, Kanada, 2005.
- [95] BISHOP, D.P., Diffusion based microalloying via reaction sintering. Doktora tezi, Dalhousie University, Kanada, 1998.
- [96] BOLAND, C.D., The development and characterization of a novel aluminum-copper-magnesium P/M alloy. Yüksek lisans tezi, Dalhousie University, Kanada,2010.
- [97] PATON, B.C., On the development of aluminum powder metallurgy aluminum alloys. Yüksek lisans tezi, Kanada, 2004.
- [98] SERCOMBE, T., Non-conventional sintered aluminium powder alloys. Doktora tezi, The University of Queensland, Avustralya, 1998.
- [99] THOMPSON, J.K., Study of powder metal press and sinter process and its tool wear. Yüksek lisans tezi, Mississippi State University, ABD, 2007.
- [100] LI, W., Fabrication of aluminum matrix particulate composites by compaction and sintering. Yüksek lisans tezi, Mississippi State University, ABD, 2008.
- [101] MELÚCH, L., Warm compaction of aluminium alloy Alumix 123. Doktora tezi, The University of Birmingham, Birleşik Krallık, 2009.

- [102] DARIAVACH, N.G., The effect of high density electric pulses on sintered aluminum 201AB SiC MMC PM compacts during plastic deformation. Doktora tezi, Marquette University, ABD, 2002.
- [103] DURMUŞ, H.K., CO<sub>2</sub> lazer kaynağıyla birleştirilmiş alüminyum matriksli kompozitlerin kaynak bölgesinin mekanik özelliklerinin incelenmesi. Doktora tezi, Celal Bayar Üniversitesi, 2006.
- [104] GÖDE, C., TM ile üretilmiş Alumix–231 SiCp ve B4Cp kompozitlerin farkli üretim yöntemlerinin mekanik özelliklere etkisi. Doktora tezi, Pamukkale Üniversitesi, 2011.
- [105] KALAYCIOĞLU, A.S., SiC tane katkili aluminyum kompozitlerin toz metalurjisi ile üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek lisans tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, 2011.
- [106] HACIOĞLU, T., AlB<sub>4</sub>Cp kompozitlerinin toz metalurjisi yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek lisans tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, 2010.
- [107] VAROL, T., AA2024 matrisli B<sub>4</sub>C parçacik takviyeli metal matrisli kompozitlerin toz metalurjisi yöntemiyle üretimi ve özelliklerinin incelenmesi. Yüksek lisans tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, 2012.
- [108] LIU, Z.Y. vd., The effect of particle shape on the sintering of aluminum. Metall. Mater. Trans A., 38:1351–1357, 2007.
- [109] SCHAFFER, G.B. vd.,Liquid phase sintering of aluminium alloys. Mat. Chem. Phys., 67:89–91, 2001.
- [110] SCHAFFER, G.B. vd., The effect of trace elements on the sintering of an Al–Zn–Mg–Cu alloy. Acta Mater., 49:2671–2678, 2001.
- [111] SCHAFFER, G.B. vd., Aluminium alloy powder blends and sintered aluminium alloys. US Patent, 1999.
- [112] SCHAFFER, G.B. vd., Freeform fabrication of aluminum metal-matrix composites. J. Mater. Res., 16(9):2613–2618, 2001.
- [113] LUMLEY, R.N., SCHAFFER, G.B., The effect of solubility and particle size on liquid phase sintering. Scripta Mater., 35(5):589–595, 1996.
- [114] LUMLEY, R.N., SCHAFFER, G.B., Precipitation induced densification in a sintered Al–Zn–Mg–Cu alloy. Scripta Mater., 55:207–210, 2006.
- [115] SCHAFFER, G.B., HUO, S.H., Distortion in a sintered 7000 series aluminium alloy. Powder Metal., 43(2):163–167, 2000.

- [116] SCHAFFER, G.B. vd., Freeform fabrication of functional aluminium prototypes using powder metallurgy. J. Mater. Sci., 34:4245–4251, 1999.
- [117] SCHAFFER, G.B. vd., Formation of aluminium nitride during sintering of powder injection moulded aluminium. Mater. Sci. Forum, 618-619:631–634, 2009.
- [118] SCHAFFER, G.B. vd., On the infiltration mode during fabrication of aluminium composite. Acta Mater., 58:3790–3797, 2010.
- [119] SCHAFFER, G.B., SERCOMBE, T.B., On the role of magnesium and nitrogen in the infiltration of aluminium by aluminium for rapid prototyping applications. Acta Mater., 52:3019–3025, 2004.
- [120] SCHAFFER, G.B., SERCOMBE, T.B., Advances in the production of infiltrated aluminium parts using selective laser sintering. in: D. Bourell (Ed.), 14<sup>th</sup> Annual Solid Freeform Fabrication Conference. Austin, TX, A.B.D., 2004.
- [121] YAN, M. vd., Secondary phases and interfaces in a nitrogen-atmosphere sintered Al alloy: Transmission electron microscopy evidence for the formation of AlN during liquid phase sintering. Acta Mater.,58: 5667– 5674, 2010.
- [122] YAN, M. vd., In situ fabrication and mechanical properties of Al–AlN composite by hot extrusion of partially nitrided AA6061 powder. J. Mater. Res., 26(14):1719–1725, 2011.
- [123] GRAYSON, G.N. vd., Observations of oxide films on fatigue fracture surfaces of a sintered 2xxx series aluminium alloy. Mater. Sci. Eng. A., 455-455:99–103, 2007.
- [124] Mc PHEE, W.A.G. vd. The effect of iron on liquid film migration and sintering of an Al–Cu–Mg alloy, Acta. Mater.,51:3701–3712, 2003.
- [125] SERCOMBE, T.B., SCHAFFER, G.B., On the use of trace additions of Sn to enhance sintered 2xxx series Al powder alloys. Mater. Sci. Eng. A.; 268: 32–39, 1999.
- [126] SERCOMBE, T.B., SCHAFFER, G.B., The effect of trace elements on the sintering of Al-Cu alloys. Acta. Mater., 47(2):689–697, 1999.
- [127] SCHAFFER, G.B., The effect of the atmosphere and the role of pore filling on the sintering of aluminium. Acta. Mater., 54:131–138, 2006.
- [128] LUMLEY, R.N., SCHAFFER, G.B., The effect of additive particle size on the mechanical properties of sintered aluminium-copper alloys. Scripta Mater., 39(8):1089–1094, 1998.

- [129] SCHAFFER, G.B., Powder processed aluminium alloys. Mater. Forum, 28:65–74, 2004.
- [130] SCHAFFER, G.B. vd., The effect of tin and nitrogen on liquid phase sintering of Al–Cu–Mg–Si alloys, Acta. Mater., 56:2615–2624, 2008.
- [131] KENT, D. vd., Age hardening of a sintered Al–Cu–Mg–Si–(Sn) alloy. Mater. Sci. Eng. A., 405:65–73, 2005.
- [132] GRAYSON, G.N. vd., Fatigue crack propagation in a sintered 2xxx series aluminium alloy. Mater. Sci. Eng. A., 434:1–6, 2006.
- [133] DASHWOOD, R.J., SCHAFFER, G.B., Powder forging of a sintered Al-3.8Cu-1Mg-0.8Si-0.1Sn alloy. Mater. Sci. Eng. A., 323:206-212, 2002.
- [134] SCHAFFER, G.B., HALL, B.J., Statistical experimental design of Al-Cu–Mg–Si P/M alloys. J. Light. Met.,2:229–238.2002.
- [135] LIU, L.X. vd., Binder treated segregation free aluminum alloy powders. Int. J. Powder Metall., 41(1):42–49, 2005.
- [136] GRAYSON, G.N. vd. Fatigue of a sintered 2xxx series alloy. in: , Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials 1–15, 2007 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, Denver, Colorado, ABD, 13-16 May 2007.
- [137] BONNER, S.J. vd., Pressure Assisted Sintering of an Aluminium Alloy. Mater. Sci. Forum, 618-619:627–630, 2009.
- [138] MOSHER, W.G. vd., On development of hypoeutectic aluminium silicon powder metallurgy alloy. Powder Metal., 54 (3):432–439, 2011.
- [139] HEARD, D.W. vd., Metallurgical assessment of a hypereutectic aluminum-silicon P/M alloy. J. Mater. Process. Tech.,209:5902–5911, 2009.
- [140] HENNESSEY, C.W. vd., Development of Al-Si-base P/M alloys. Int. J. Powder Metall., 41(1):50–63.2005
- [141] La DELPHA, A.D.P., On the simulation of wrought AA4032 via P/M processing. Mater. Sci. Eng. A., 479(1–2):1–9, 2008.
- [142] MOSHER, W.G.E. vd., On hot deformation of aluminium- silicon powder metallurgy alloys, Powder Metall., 54(3):366–375, 2011.
- [143] STEEDMAN, G. vd. Surface porosity investigation of aluminum–silicon PM alloys, Powder Tech., 226:225–230, 2012.

- [144] MOSHER, W.G.E: vd., On enhancement of hypoeutectic aluminiumsilicon powder metallurgy alloy. Can. Metall. Quart., 51(1):39–47, 2012.
- [145] HENNESSEY, C.W. vd., Development of a PM aluminum alloy : Effect of post-sinter cooling conditions. Int. J. Powder Metall.,42(6):39–50, 2006.
- [146] Mc ASKILL, I.A. vd., On development of press and sinter Al–Ni–Mg powder metallurgy alloys. Powder. Metal.,49(4):314–322, 2006.
- [147] Mc ASKILL, I.A. vd., Effects of silicon on the metallurgy and sintering response of Al–Ni–Mg PM Alloys. Mat. Sci. Eng. A.,452-453:688–698, 2007.
- [148] DUNNET, K.S., Development of Al–Ni–Mg–(Cu) aluminum P/M alloys. J. Mater. Process. Tech., 198(1-3):31–40, 2008.
- [149] Mc ASKILL, I.A. vd., Effects of cold and hot densification on the mechanical properties of a 7XXX series powder metallurgy alloy. Powder Metall.,52(4):304–310, 2009.
- [150] La DELPHA, A.D.P. vd., Metallurgical assessment of an emerging Al-Zn-Mg-Cu P/M alloy., Mater. Sci. Eng. A., 520(1-2):105–113, 2009.
- [151] BISHOP, D.P. vd., Powder metallurgy processing of 2xxx and 7xxx series aluminium alloys. Can. Metall. Quart., 50(3):246–252, 2011.
- [152] Mc ASKILL, I.A. vd. Effects of magnesium, tin and nitrogen on the sintering response of aluminum powder. J. Mater. Process. Tech., 210:2252–2260, 2010.
- [153] BISHOP, D.P. vd., Diffusion-based microalloying of aluminium alloys by powder metallurgy and reaction sintering. J. Mater. Sci.,33:3927–3934, 1998.
- [154] BISHOP, D.P. vd., On enhancing the mechanical properties of aluminum P/M alloys. Mater. Sci. Eng. A., 290(1-2):16–24, 2000.
- BISHOP, D.P. vd., Diffusion-based microalloying via reaction sintering. J. Mater. Sci., 32(9):2353–2358, 1997.
- [156] BISHOP, D.P. vd., Dry sliding wear behavior of aluminum alloy 2014 microalloyed with Sn and Ag. Wear, 222(2):84–92, 1998.
- [157] KIPOUROS, G.J. vd., On the advantages of using powder metallurgy in new light metal alloy design. Metal. Mater. Trans. A., 37(12):3429–3436, 2006.
- [158] CALEY, W.F. vd., On enhancing the interfacial chemistry of a simulated AA2014-SiCp composite material. J. Mater. Sci.,38(8):1755–1763, 2003.

- [159] MANN, R.E.D. vd., Hot deformation of an Al–Cu–Mg powder metallurgy alloy. Mater. Sci. Eng. A., 528(16-17):5476–5483, 2011.
- [160] BOLAND, C.D. vd., Development of an aluminum PM alloy for "presssinter-size" technology. Int. J. Powder Metall., 47(1):39–48, 2011.
- [161] COOKE, R.W. vd., Powder metallurgy processing of Al–Cu–Mg alloy with low Cu/Mg ratio. Powder Metall.,55(1):29–35, 2012.
- [162] MOREAU, E.D. vd., Effects of Fe and Ni additions on an emerging Al4.4Cu1.5Mg powder metallurgy alloy. Can. Metall. Quart., 52(1):51– 59, 2013.
- [163] BOLAND, C.D. vd., Industrial processing of a novel Al–Cu–Mg powder metallurgy alloy. Mat. Sci. Eng. A., 559:902–908, 2013.
- [164] COOKE, R.W. vd., Dispersoid strengthening of Al–Cu–Mg P/M alloy behavior transition metal additions, Powder Metal., 55(3):191–199, 2001.
- [165] KEHL, W., FISCHMEISTER, H.F., Liquid phase sintering of Al-Cu compacts, Powder Metall., 3:113–119, 1980.
- [166] PADMAVATHI, C. vd., Microwave sintering of aluminum alloys, 1<sup>st</sup> Global Cong. Energy Appl. August:153–58, 2008.
- [167] CHELLURI, B., Lightweight Aluminum/Nano composites for Automotive Drive Train Applications, Department of Energy Report, Erişim: http://www.osti.gov/bridge/purl.cover.jsp?purl=/1057396/
- [168] MIN, K.H. vd., Liquid phase sintering of the commercial 2xxx series Al blended powder. J. Alloy Compd., 419:290–293, 2006.
- [169] KIM, J.S. vd., A Study of debinding behavior and microstructural development of sintered Al-Cu-Sn alloy, Mater. Sci. Forum, 534-536:769–772, 2007.
- [170] CHANG, I.T.H. vd., Aluminium and Aluminium Alloy Powders for P/M Applications, Mater. Sci. Forum, 534-536:773–776, 2007.
- [171] PADMAVATHI, C., UPADHYAYA, A., Sintering behaviour and mechanical properties of Al-Cu-Mg-Si-Sn aluminum alloy. Trans. Indian Inst. Met., 64(4-5):345–357, 2011.
- [172] DURMUŞ, H.K., MERİÇ, C., Age-hardening behavior of powder metallurgy AA2014 alloy. Mater. Design, 28:982–986, 2007.

- [173] RUIZ-NAVAS, E.M. vd., One step production of aluminium matrix composite powders by mechanical alloying. Composites Part A., 37:2114–2120, 2006.
- [174] RUIZ-NAVAS, E.M. vd., Enhancement of liquid phase sintering through Al–Si additions to Al–Cu systems. J. Mater. Process. Tech., 162-163:280– 285, 2005.
- [175] CARVALHO, M.H. vd., Extrusion and mechanical properties of mixed powder and spray co-deposited AI 2014/SiC metal matrix composites. J. Mater. Sci.,27:2101–2109, 1992.
- [176] SPIGARELLI, S. vd., An analysis of hot deformation of an Al/Cu/Mg alloy produced by powder metallurgy. Mat. Sci. Eng. A,339:43–52, 2003.
- [177] SPIGARELLI, S. vd., Creep behavior of an aluminum 2024 alloy produced by powder metallurgy. Acta Mater., 45(2):529–540, 1997.
- [178] SWANSSON, R.A. vd., Mechanical Behavior of Silicon Carbide/2014
  Aluminum Composite, Testing Technology of Metal Matrix Composites,
  P. R. DiGiovanni and N. R. Adsit, Eds., American Society for Testing and
  Materials, Philadelphia, ASTM STP 964:305–316, 1988.
- [179] XIANG, S. vd., An investigation of the age hardening behavior of PM 2024Al-Fe-Ni alloys and the effect of consolidation conditions. J. Mater. Sci., 34:1953–1958, 1999.
- [180] ANDERSON, I.E., FOLEY, J.C., Determining the role of surfaces and interfaces in the powder metallurgy processing of aluminum alloy powders. Surf. Interface Analy.,31:599–608, 2001.
- [181] RIDDER, S.D., SHECHTMAN, D., Microstructure of supercooled submicrometre Aluminum-Copper alloy powder, rapidly solidified powder aluminum alloys., M. E. Fine and E. A. Starke, Jr., Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, ASTMSTP890:252–259, 1986.
- [182] KAFTELEN, H. vd., Fabrication of TiC and ZrC reinforced Al-4 wt%Cu composite droplets using impulse atomization. J. Comp. Mater., 47(5):587–601, 2012.
- [183] RAY, A.K. vd., Fabrication of TiN reinforced aluminium metal matrix composites through a powder metallurgical route. Mater. Sci. Eng. A, 338:160–165, 2002.
- [184] GHAZALI, M.J. vd., Dry sliding wear behavior of some wrought, rapidly solidified powder metallurgy aluminium alloys. Wear, 259:490–500,2005.

- [185] SAVITSKII, A.P. vd., Effect of aluminum particle size on the volume changes experienced by compacts from a mixture of aluminum and copper powders during liquid-phase sintering. Poroshkovaya Metallurgiya,, 9(285):23–27, 1985.
- [186] SAVITSKII, A.P. vd., Influence of solubility in the solid phase on volume changes in liquid-phase sintering of aluminum-base powder metallurgy specimens. Poroshkovaya Metallurgiya,7(307):70–73, 1988.
- [187] LIANXI, H. vd., Microstructure and mechanical properties of 2024 aluminum alloy consolidated from rapidly solidified alloy powders. Mater. Sci. Eng. A, 323: 213–217, 2002.
- [188] BADINI, C. vd., Aging Investigation on 2024/SiC composite and 2024 alloy. Metall. Sci. Tech., 13(1):28–38, 1995.
- [189] MOMENI, H. vd., Effect of supersolidus liquid phase sintering on the microstructure and densification of the Al-Cu-Mg prealloyed powder. Iranian J. Mater. Sci. Eng., 8(2):10–17, 2011.
- [190] ZHANG, Q. vd., Microstructure evolution and elemental diffusion of SiCp/Al–Cu–Mg composites prepared from elemental powder during hot pressing. J. Mater. Sci., 46:6783–6793, 2011.
- [191] DHOKEY, N.B. vd., Effect of processing conditions on transient liquid phase sintering of premixed aluminium alloy powders. Adv. Mater. Lett.,4(3):235–240, 2013.
- [192] LASKA, M., KAZIOR, J., Influence of Various Process Parameters on the Density of Sintered Aluminium Alloys, Acta Polytechnica, 52(4):93– 95, 2012.
- [193] SIMCHI, A., VELTL, G., Investigation of warm compaction and sintering behavior of aluminium alloys. Powder Metall.;46(2)159–167, 2003.
- [194] MELUCH, L., CHANG, I.T.H., Study of warm compaction of Alumix 123 L, Powder Metall., 53(4):323–327, 2010.
- [195] MARTIN, J.M., CASTRO, F., Liquid phase sintering of P/M aluminium alloys: effect of processing conditions. J. Mater. Process. Tech., 143-144:814–821, 2003.
- [196] MARTIN, J.M., CASTRO, F., Sintering response & microstructural evolution of an Al-Cu-Mg-Si premix. Int. J. Powder Metall.,43(6): 59–69, 2007.
- [197] KIM, T.S. vd., Suppression of θ" formation in the SiC whisker-reinforced AI-4 wt% Cu composites. J. Mater. Sci., 27:2599–2605, 1992.

- [198] SARKAR, B., LISAGOR, W.B., Thermomechanical Treatment of 2124 PM Aluminum Alloys with Low and High Dispersoid Levels, Rapidly Solidified Powder Aluminum Alloys., M. E. Fine and E. A. Starke, Jr., Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, ASTM STP 890:333–353,1986.
- [199] BAUCCIO, M., ASM Metals Reference Book, ASM International, 1993.
- [200] MORENO, M.F., OLIVER, C.J.R., Densification of Al powder and Al-Cu matrix composite (reinforced with 15% Saffil short fibres) during axial cold compaction. Powder Tech.,206(3):297–305, 2011.
- [201] WALKER, J.C. vd., Lubricated sliding wear behavior of aluminium alloy composites, Wear, 259:577–589, 2005.
- [202] NYLUND, A., OLEFJORD, I., Surface analysis of air exposed rapidly solidified aluminium powder. Powder Metall., 36(3):193–197, 1993.
- [203] LUMLEY, R.N., SERCOMBE, T.B., SCHAFFER, G.B., Surface oxide and the role of magnesium during the sintering of aluminum. Metal. Mater. Trans. A., 30:457–463, 1997.
- [204] KOWALSKI, B. vd., Some new aspects of the theory of oxidation and degassing of aluminium-based alloy powders. J. Mater. Sci.,27(10):2770–2780, 1992.
- [205] KIM, Y.V. vd., Surface oxides in P/M aluminum alloys. J. Metals, 8:27– 33, 1985.
- [206] SMART, R.F., ELLWOOD, Sintering of tin powder. Nature, 181:180– 181, 1958.
- [207] KINGERY, W.D., Densification during Sintering in the presence of a liquid phase. I. theory. J. Appl. Phys., 30(3):301–306, 1959.
- [208] KINGERY, W.D., NARASIMHAN, M.D., Densification during sintering in the presence of a liquid phase. II. experimental. J. Appl. Phys., 30(3):307–310, 1959
- [209] WEIRAUCH, D.A., Interfacial phenomena involving liquid metals and solid oxides in the Mg-Al-O system. J. Mater. Res., 3(4):729–739, 1988.
- [210] LANDRY, K. vd., Wettability of carbon by aluminum and aluminum alloys. Mat. Sci. Eng. A, 254:99–111, 1998.
- [211] MUNIR, Z.A., Analytical treatment of the role of surface oxide layers in the sintering of metals. J. Mater. Sci.,14:2733–2740, 1979.

- [213] YAOHUI, L. vd., The effect of cerium on the wettability of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al-4.5Cu alloy. J. Mater. Sci. Lett., 11(12):896–898, 1992.
- [214] GALANTY, M. vd., Consolidation of metal powders during the extrusion process. J. Mater. Process. Tech., 125-126:491–496, 2002.
- [215] XIE, G. vd., Effect of Mg on the sintering of Al-Mg alloy powders by pulse electric-current sintering process. Mater. Trans., 45(3):904–909, 2005.
- [216] FUENTES, J.J. vd., Effect of Mg as sintering additive on the consolidation of mechanically alloyed Al powder. Mater. Sci. Forum, 426-432:4331–4336, 2003.
- [217] NAGAE, T. vd., Pulse current pressure sintering of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> functionally graded material, Novel Materials Processing by Advanced Electromagnetic Energy Sources,301–304.2004
- [218] SHIBLI, I.A., DAVIES, D.E., Effect of oxidation on sintering characteristics of Al powder and effect of some minor metallic additions. Powder Metall., 30(2):97–102, 1987.
- [219] AROCKIASAMY, A. vd., Sintering behavior of Al-6061 powder produced by rapid solidification process. Powder Metall., 54(3):354–359, 2011.
- [220] DHOKEY, N.B. vd., Influence of mixing technique on sintering response of binary aluminium alloy powders. Adv. Mat. Lett.,4(2):164–168, 2013.
- [221] KONDOH, K. vd., Effect of Mg on sintering phenomenon of aluminium alloy powder particle. Powder Metall.,44(2):161–164, 2001.
- [222] KIM, D.H. vd., Oxidation of an aluminum-0.4wt% magnesium alloy. J. Mater. Sci. Lett.,15:1429–1431, 1996.
- [223] ALTMAN, A.B. vd., Fffect of sintering conditions on the structure and mechanical properties of P/M aluminum base alloys, Poroshkovaya Metallurgiya, 297(9):29–34, 1987.
- [224] MITCHELL, B.S., An introduction to materials engineering and science for chemical and materials engineers, John Wiley& Sons Publication, 2004.
- [225] KAINER, K.U., Magnesium alloys and technologies, Wiley VCH, 2003.

- [227] Mc LEOD, A.D., GABRYEL, C.M., Kinetics of the Growth of Spinel, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> on alumina particulate in aluminum alloys containing magnesium. Metal. Trans. A., 23:1279–1283, 1992.
- [228] LEVI, C.G. vd., Interface interactions during fabrication of aluminum alloy-alumina fiber composites. Metal. Trans. A.,9:697–711, 1978.
- [229] XIE, G. vd., TEM Observation of interfaces between particles in Al-Mg alloy powder compacts prepared by pulse electric current sintering. Mater. Trans., 43(9):2177–2180, 2002.
- [230] XIE, G. vd.,,Reduction mechanism of surface oxide films and characterization of formations on pulse electric-current sintered Al–Mg alloy powders. App. Sur. Sci., 241:102–106, 2005.
- [231] ZHOU, Z. vd., High-resolution electron microscope observation of interface microstructure of a cast Al-Mg-Si-Bi-Pb(6262)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p composite. J. Microscopy, 200(2):144–152, 2001.
- [232] JING, S.Y. vd., Investigation on lattice constants of Mg-Al spinels. J. Mater. Sci. Lett., 19:225–227, 2000.
- [233] FAN, H. vd., Single-crystallineMgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> spinel nanotubes using a reactive and removable MgO nanowire template. Nanotechnology, 17:5157–5162, 2006.
- [234] DOMANSKI, D. vd., Mechanochemical synthesis of magnesium aluminate spinel powder at room temperature. J. Am. Ceram. Soc., 87(11):2020–2024, 2004.
- [235] ZHONG, W.M. vd., Effect of current Mg concentration on interfacial reactions during remelting of Al-Mg(5083)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p composites. Mat. Char., 49:113–119, 2003.
- [236] KONDOH, K. vd. Effect of Mg on sintering heamenon of aluminium alloy powder particle, Powder Metall 2001;44(2):161–164.
- [237] RINGER, S.P. vd., Precipitation reactions in Al-4.0Cu-0.3Mg (wt.%) alloy. Acta. Mater.,56:2147-2160, 2008.
- [238] WANG, S.C., STARINK, M.J., Two types of S phase precipitates in Al-Cu–Mg alloys. Acta Mater., 55:933–941, 2007.
- [239] GERMAN, R.M., RABİN, B.H., Enhanced sintering through second phase additions. Powder Metall., 28(1):7–12, 1985.
- [240] HARDY, C., The fundamentals necessary to apply powder metallurgy. ASTM International, 1–10, 1943.

- [242] GERMAN, R.M., DUNLAP, J.W., Processing of Iron-Titanium Powder Mixtures by Transient Liquid Phase Sintering. Metall. Mater. Trans. A,17:205–213, 1986.
- [243] ASTM Standard, B212-12 Standard Test Method for Apparent Density of Free-Flowing Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel, 2012.
- [244] KLAR, E., SAMAL, P.K., Powder metallurgy stainless steels: processing, microstructures, and properties. ASM International, 2007.
- [245] ASM Metals Hanbook, Vol.7, Powder Metallurgy, ASM, ABD, 1992.
- [246] POPESCU, N. vd., Fabrication through P/M of ecological aluminum based composite materials. Part 1-Characterization and densification of mixture powders, Proceedings of the 2<sup>nd</sup> International Conference on Manufacturing Engineering, Quality and Production Systems, 200–205, 2010.
- [247] HOFMANN, H., BOWEN, P., Powder technology-part II compaction, http://ltp.epfl.ch/files/content/sites/ltp/files/shared/Teaching/Master/06-PowderTechnology/Compaction.pdf Erişim tarihi: 19.03.2013
- [248] JAMES, P.J., Particle deformation during cold isostatic pressing of metal powders. Powder Metall.,4:199–204, 1977.
- [249] CHEN, X., Particle packing, compaction and sintering in powder metallurgy. Doktora tezi, University of Alberta, Kanada, 1998.
- [250] LEFEBVRE, L.P. vd., Effects of lubricants and compacting pressure on the processability and properties of aluminum P/M parts. J. Light Met.,2(4):239–246, 2002.
- [251] BISHOP, P. vd., New alloy developments enhance PM aluminium application opportunities. http://www.ipmd.net/articles/001773.html Erişim tarihi:19.03.2013.
- [252] POPESCU, I.N. vd., Processing by P/M route and characterization of new ecological Aluminum Matrix Composites. Int. J. Mech., 3(4):43–52, 2010.
- [253] COOKE, R., Assessment of a novel lubricant for emerging aluminum P/M alloys. Design Project, Dalhousie University, Kanada, 2010.
- [254] DATTA, B.K., Powder metallurgy : An advanced technique of processing engineering materials. Learnin Private Limited,2012.

- [256] HOEGANAS HANDBOOK 2, Compacting of metal powders. http://www.hoganas.com/Documents/Handbooks/Handbook%20No.2.pdf, Erişim tarihi: 19.03.2013.
- [257] BIDULSKY, R. vd., An evaluation of severe plastic deformation on the porosity characteristics of powder metallurgy aluminium alloys Al-Mg-Si-Cu-Fe and Al-Zn-Mg-Cu, Aliminum Alloys ,Theory and Applications, In Tech Publishing, 2011.
- [258] NIELS, H., Dispersion-strengthened aluminium products. Doktora tezi, Atomie Energy Commission, Danimarka, 1971.
- [259] WEİ, XS. Vd. Full density consolidation of pure aluminium powders by cold hydro-mechanical pressing. Mat Sci Eng A.,528: 5784–5789, 2011.
- [260] PIECZONKA, T. vd., Effect of atmosphere on sintering of Alumix 431D powder. Powder Metall.,55(5):354–360, 2012.
- [261] PIECZONKA, T. vd., Dimensional behavior of aluminium sintered in different atmospheres. Mat. Sci. Eng. A, 478:251–256, 2008.
- [262] PIECZONKA, T. vd., The influence of the atmosphere and impurities on the sintering behaviour of aluminium. Euro PM2005, EPMA, Shrewsbury, UK, 2005.
- [263] SCHAFFER, G.B., HALL, B.J., The Influence of the atmosphere on the sintering of aluminum. Metal. Mater. Trans. A.,33:3279–3284, 2002.
- [264] YUAN, X.N., The effects of sample position and gas flow pattern on the sintering of a 7xxx aluminum alloy. Metal. Mater. Trans. A, 43:4345–4355, 2012.
- [265] SU, S.S. vd., Effects of processing conditions on the sintering response of hypereutectic Al-Si-Cu-Mg P/M alloys. Mater. Chem. Phys., 139(2-3):775–783, 2013.
- [266] RAHIMIAN, M. vd., The effect of particle size, sintering temperature and sintering time on the properties of Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites made by powder metallurgy. J. Mater. Process. Tech., 209:5387–5393, 2009.
- [267] GERMAN, R.M., Supersolidus liquid-phase sintering of prealloyed powders. Metal. Mater. Trans. A, 28:1553–1567, 1997.
- [268] GERMAN, R.M. vd., Review: liquid phase sintering. J. Mater. Sci., 44:1– 39, 2009.

- [269] GÖKÇE, A., FINDIK, F., KURT, AO., Microstructural Examination and Properties of Premixed Al–Cu–Mg Powder Metallurgy Alloy. Mater. Charact., 62:730–735, 2011.
- [270] HIROSAWA, S. vd., Classification of the Role of Microalloying Elements in Phase Decomposition of Al Based Alloys. Acta. Mater., 48: 1797–1806, 2000.
- [271] BRODOV, V.A. vd., Volumetric deformation of Al-4.4% Cu and Al-4.4% Cu-0.5% Mg compacts during sintering. Poroshkovaya Metallurgiya, 350(2):13–17, 1992.
- [272] FALTICEANU, C.L. vd., Sintering 220ehavior of Al-Cu-Mg-Si blends. Mater. Sci. Forum, 534-536:597–600, 2007.
- [273] CROSSIN, E. vd., Swelling during liquid phase sintering of Al–Mg–Si– Cu alloys. Powder Metall., 50(4):354–358, 2007.
- [274] TIMOFEEV, N.S., SAVITSKII, A.P., Volumetric changes in powder bodies in liquid phase sintering of the aluminum-magnesium system, Poroshkovaya Metallurgiya, 327(3):20–25, 1990.
- [275] BROEDER, F.J., Interface reaction and a special form of grain boundary diffusion in the Cr-W system. Acta Metall., 20(3):319–322, 1972.
- [276] ZUBIZARRETA, C. vd., Effect of the heat treatment prior to extrusion on the direct hot-extrusion of aluminium powder compacts. J. Alloy Compd., 467:191–201, 2009.
- [277] SATO, K., FLEMINGS, MC. Grain refining of Al-4.5Cu alloy by Adding an Al-30TiC master alloy. Metall. Trans. A.. 20(A):1707–1710, 1998.
- [278] KAFTELEN, H. vd., Comparative processing-structure-property studies of Al-Cu matrix composites reinforced with TiC particulates. Composites, 42A:812-824, 2011.
- [279] MIN, L. vd., Effect of returns on microstructure and mechanical properties of Al-Cu based alloys. China Foundry, 7(1):37–42, 2010.
- [280] YANWEI, S. vd., Evolution of microstructure incentrifugal cast Al-Cu alloy. China Foundry, 7(1):43–46, 2010.
- [281] MANDAL, A. vd. Effect of TiB<sub>2</sub> particles on aging response of Al–4Cu alloy. Mater Sci Eng A, 386:296–300, 2004.
- [282] VIEIRA, AE. Vd. Microstructural characterization of Al4Cu alloy homogenized and cooled under different rates, Acta Microscopica, 2006.

- [283] MAZURINA, I. vd., Partial grain refinement in Al-3%Cu alloy during ECAP at elevated temperatures. Mater. Trans., 50(1):101–110, 2009.
- [284] GÖKÇE, A., FINDIK, F., KURT, AO., Effects of Mg content on aging behavior of Al4CuXMg PM alloy. Mater. Design, 46:524–531, 2013.
- [285] TORRALBA, M. vd., Fracture of AI-4% Cu-0.1% Fe single crystals. J. Mater. Sci., 24:2594–2602, 1989.
- [286] EKİCİ, M., GÜLESİN, M., ÖZÇATALBAŞ, Y. Ön karıştırılmış ve sıcak preslenmiş Al-Cu alaşımı toz metal parçalarda Kirkendall etkisi ve fiziksel özelliklerinin araştırılması, 6. Uluslar arası Toz Metalurjisi Konferansı, ODTÜ, TÜRKİYE,5-9 Ekim 2011.
- [287] BISWAS, K.,CHATTOPADHYAY, K., Formation of ω-Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe phase during laser processing of quasicrystal-forming Al-Cu-Fe alloy. Phil. Mag. Lett., 88(3):219–230, 2008.
- [288] LEE, J.M. vd., Microstructures and mechanical properties of Al3Fe reinforced aluminum matrix composites fabricated by a plasma synthesis method,. Mater. Trans., 43(10):2487–2493, 2002.
- [289] RZADKOSZ, S., STASZCZAK, L.,Effect of selected microadditives on the mechanical properties of aluminium alloys. Arch. Foundry Eng., 18(1):85–88, 2007.
- [290] GAYLE, F.W., GOODWAY, M., Precipitation hardening in the first aerospace aluminum alloy: the wright flyer crankcase. Science, 266(5187):1015–1017, 1994.
- [291] SHOWAITER, Y.,YOUSEFFI, M., Compaction, sintering and mechanical properties of elemental 6061 Al powder with and without sintering aids. Mater. Design, 29:752–762, 2008.
- [292] BELOV, N.A. vd., The Al-Cu-Fe-Mg-Si phase diagram in the range of Al-Cu alloys, Mater. Sci. Forum, 396-402:929-934, 2002.
- [293] ZOLOTOREVSKY, V.S. vd., Casting Aluminum Alloys, Elsevier, 2007.
- [294] JIN, P. vd., Effect of solution temperature on aging behavior and properties of SiCp/Al–Cu–Mg composites. Mat. Sci. Eng. A, 528:1504–1511, 2011
- [295] HUANG, Y., ROBSON, J.D., PRANGNELL, P.B., Room temperature instability of an Al-4%Cu super saturated solid solution in a nano-crystalline alloy produced by spd. J. Mater. Sci., 45:4851–4857, 2010.

- [296] PADMAVATHI, C. vd.,Effect of microwave and conventional heating on sintering behavior and properties of Al–Mg–Si–Cu alloy. Mater. Chem. Phys.,130: 449–457, 2011.
- [297] TURQUIER, F. vd., Pressure-temperature phase diagram of Al-Cu-Fe quasicrystalforming alloy. Annual report, HASYLAB, 341-342, 2004.
- [298] ICHIKAWA, K vd., Grain refinement in Al-Cu binary alloys by rheocasting. Trans. Jpn. Inst. Met., 26(7):513–522, 1985.
- [299] MAKSIMOVIC, V. vd., The effects of microalloying with silicon and germanium on microstructure and hardness of a commercial aluminum alloy. J.Serb.Chem.Soc.,68(11):893–901, 2003.
- [300] GIRISHA, HN., SHARMA KV. Effect of Magnesium on Strength and Microstructure of Aluminium Copper Magnesium Alloy. Int. J. Sci. Eng. Res.,3(2):1–4, 2012.
- [301] CHUNG , HS. Vd. Aluminum alloy containing copper and zinc. United States Patent No: US2007/0187006 A1, 2007.
- [302] TJONG, SC., LAU, KC. Properties and abrasive wear of TiB2/Al-4%Cu composites produced by hot isostatic pressing. Compos. Sci. Technol., 59:2005–2013, 1999.
- [303] TZIMAS, E., ZAVALIANGOS, A. Mechanical behavior of alloys with equiaxed microstructure in the semisolid state at high solid content. Acta. Mater., 47(2):517–528, 1999.
- [304] MARTINEZ, RA., FLEMINGS, MC. Evolution of particle morphology in semisolid processing. Metall. Trans. A, 36:2205–2210, 2005.
- [305] BEKHEET, NE., The effects of aging on the hardness and fatigue behavior of 2024 Al alloy SiC composites. Mater Design, 23:153–159, 2002.
- [306] OGEL, B., GÜRBÜZ, R., Microstructural characterization and tensile properties of hot pressed Al–SiC composites prepared from pure Al and Cu powders. Mater. Sci. Eng. A., 301:213–220, 2001.
- [307] NICULA, R. vd., Single-phase bulk Al–Cu–Fe quasicrystals by fieldassisted sintering. Mat. Sci. Eng. A, 475:113–116, 2008.
- [308] NICULA, R. vd., Quasicrystal phase formation in Al–Cu–Fe nanopowders during field-activated sintering (FAST). J. Alloy. Compd., 434-435:319–323, 2007.

- [310] HAIDARA, F. vd., In-situ investigation of the icosahedral Al–Cu–Fe phase formation in thin films, J. Alloy Compd.,534:47–51, 2012.
- [311] RAGHAVAN, V., Al-Cu-Fe (Aluminum-Copper-Iron), J. Phase Equi. Diff., 25(1):59–64, 2005.
- [312] MOSTEAD, A. vd., Effect of reinforcing particle type on morphology and age-hardening behavior of Al–4.5 wt.% Cu based nanocomposites synthesized through mechanical milling. Mat. Char., 76:76–82, 2013.
- [313] MALLICK,B. vd., Production of aluminium-silicon carbide cast particle composites without magnesium, 41–49, 1988.
- [314] CHUNG, H. vd., Effects of alloying elements on the sintering and heat treatment of elementally mixed aluminum powder alloys. Mater. Sci. Forum, 539(3):2645–2650, 2007.
- [315] DOBRANZSKI, L.A. vd., Precipitation processes occurring during heat treatment of the newly developed Al-Mg-Cu-Zn alloy for car chassis. 10<sup>th</sup> Jubilee international scientific conference proceedings:153–158,Cluj, ROMANIA, 21-22 October 2013.
- [316] KEYAWA, N.R., Detecting Microstructural change at fatigue crack tips. 13<sup>th</sup> Annual Student Research & Creative Works Symposium, ABD, 2009.
- [317] SUN, C. vd, Effects of sintering and extrusion on the microstructures and mechanical properties of a SiC/Al-Cu Composite. J. Mater. Eng. Perf., 21:373–381, 2012.
- [318] AROCKIASAMY, A. vd., Sintering behavior of Al-6061 powder produced by rapid solidification process. Powder Metall., 54(3):354–359, 2011.
- [319] FIROUZDOR, V., KOU, S., Formation of Liquid and Intermetallics in Al-to-Mg Friction Stir Welding, Metal. Mater. Trans. A., 41:3238–3251, 2010.
- [320] MARTIN, J.M. vd., Sintering behavior and mechanical properties of PM Al-Zn-Mg-Cu alloy containing elemental Mg additions, Powder Metall., 45(2):173–180, 2002.
- [321] GABLE, B.M. vd., Alloy development for the enhanced stability of  $\Omega$  precipitates in Al-Cu-Mg-Ag alloys. Metal. Mater. Trans. A, 37:1091–1105, 2006.

- [323] ROPP, R.C., Encyclopedia of the Alkaline Earth Compounds, Elsevier, SPAIN, 2013.
- [324] SAVITSKII, A.P. vd., Volume changes experienced by Al-Zn compacts during liquid-phase sintering. Powder Metall. Metal. Ceramics, 21(10): 760–764, 1982.
- [325] PRINCE, A. vd., Aluminum-Copper-Magnesium. http://goo.gl/ie7kFJ Erişim Tarihi: 15.05.2013.
- [326] TORRALBA, J.M. vd., P/M aluminum matrix composite reinforced with (AlCr<sub>2</sub>)p. J. Mater. Sci. Lett.,19:1509–1512, 2000.
- [327] BEHRENS, B.A. vd., Functionalisation of PM components by integration of inherent data carriers and sensory elements, Prod. Eng. Res. Devel., 7(1):123–129, 2013.
- [328] FENG, W.A. vd., Microstructural characterization of an Al–Cu–Mg alloy containing Fe and Ni. J. Alloy. Compd., 487:445–449, 2009.
- [329] DASGUPTA, R., A Comparative assessment of the behavior of Al–Cu alloy and its composite. J. Comp. Mater., 39(17):1561–1575, 2005.
- [330] POLMEAR, I.J. vd., Ageing processes in Al-Cu-Mg alloys with different Cu/Mg ratios. Phys. Status Solidi C., 11:2322–2325, 2009.
- [331] SALIHU, S.A. vd., Influence of magnesium addition on mechanical properties and microstructure of Al-Cu-Mg alloy. J. Pharm. Bio. Sci., 4(5):15–20, 2012.
- [332] RAO, C.S., UPADHYAYA, G.S., 2014 and 6061 aluminium alloy-based powder metallurgy composites containing silicon carbide particles/fibres. Mater. Design, 16(6):359–366, 1995.
- [333] RUIZ-NAVAS, E.M. vd., 2014 based MMCs: Properties improvement by (TiCN)p and trace additions. J. Mater. Sci., 41:3735–3741, 2006.
- [334] YANG, Y., Measurement of spatial variation of density of compacted powders using synchrotron microtomography, Yüksek lisans tezi, Wuhan University, ÇİN, 2011.
- [335] DUDHMANDE, A. vd., Sintering and properties of new P/M aluminium alloys and composites, Proc. of Euro PM2005, EPMA in Prague, Shrewsbury: EPMA, 293–298.2005

225

- [336] BISHOP, D.P. vd., Aluminum alloy powder metal bulk chemistry formulation, US Patent, 2010.
- [337] LESNIAK, D., WOZNICKI, A., Extrusion of AlCuMg alloys with simultaneous solution heat treatment. Arc. Metall. Mater., 57(1):19–31, 2012.
- [338] XIE, F.Y. vd., Microstructure and microsegregation in Al-rich Al-Cu-Mg alloys. Acta. Mater., 47(2):489–500, 1999.
- [339] ZLATICANIN, B. vd., Effect of magnesium content on microstructure and properties of Al –Cu–Mg alloys. Mater. Sci. Tech., 20:138–140, 2004.
- [340] ZLATICANIN, B. vd., Characterization of Structure and Properties of As-cast AlCuMg Alloys, Mater. Trans., 45(2):440–446, 2004.
- [341] LIU, K. vd., Formation and phase selection of iron-rich intermetallics in Al-4.6Cu-0.5Fe cast alloys. Metall. Mater. Trans.,44:682–695, 2013.
- [342] GRONOSTAJSKI, J.Z. vd., Direct recycling of aluminium chips into extruded products. J. Mater. Process. Tech., 64(1):149–156, 1997.
- [343] LI, W. vd., Investigation on die wear behavior during compaction of aluminium matrix composite powders. Powder Metall., 54(3)202–208, 2011.
- [344] SAMEEZADEH, M. vd., Effects of particulate reinforcement and heat treatment on the hardness and wear properties of AA 2024-MoSi<sub>2</sub> nanocomposites. Mater. Design, 32:2157–2164, 2011.
- [345] ROSEN, A., BODNER, A.S.R., Repeated discontinuous yielding of 2024 aluminum alloy. Mat. Sci. Eng., 4:115–122, 1969.
- [346] LONGTAO, J. vd., Aging behavior of sub-micron Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>P/2024Al composites. Mat. Sci. Eng. A., 392:366–372, 2005.
- [347] AKHLAGHI, F. ZARE-BIDAKI, A., Influence of graphite content on the dry sliding and oil impregnated sliding wear behavior of Al 2024– graphite composites produced by in situ powder metallurgy method. Wear, 266:37–45, 2009.
- [348] RAVINDRAN, P. vd., Tribological properties of powder metallurgyprocessed aluminium self lubricating hybrid composites with SiC additions. Mater. Design, 45:561–570, 2013.
- [349] http://www.keytometals.com/Article77.htm Erişim Tarihi: 15.05.2013.

- [350] YAMANOĞLU, R. vd., Effect of heat treatment on the tribological properties of Al-Cu-Mg/nanoSiC composites. Mater. Design, 49:820–825, 2012.
- [351] LIM, S.T. vd., Control of equilibrium phases (m,t,s) in the modified aluminum alloy 7175 for thick forging applications. Mater Trans., 44(1):181–187, 2004.
- [352] DUBOURG, L., HLAWKA, F., CORNET, A., Study of aluminiumcopper-iron alloys: application for laser cladding. Surf. Coat. Tech., 151:329-332, 2002.
- [353] ARAKAWA, S. Vd. Effects of mechanical alloying on the age-hardening of Al-4Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite. Proceedings of the 3<sup>rd</sup> Asia-Pacific Symposium on Advances in Engineering Plasticity and Its Applications, Hiroshima, Japonya, 1996.
- [354] BASSANI, P., GARİBOLDİ, E., VİMERCATİ, G., Calorimetric analyses on aged Al–4.4Cu–0.5Mg–0.9Si–0.8Mn alloy (AA2014 grade). J. Therm. Analys. Cal.,87(1):247–253, 2007.
- [355] DURMUŞ, H.K., MERİÇ. C., OKUR, A., AA2014 ve AA2024 alüminyum alaşımlarında soğutma koşullarının sertliğe etkisinin incelenmesi, Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 9(1):9–13, 2003.
- [356] SHE, H. vd., Microstructural aspects of second phases in as-cast and homogenized 7055 aluminum alloy with different impurity contents. Metal. Mater. Tans. A, 44(8):3504–3510, 2013.
- [357] RINGER, S.P. v.d. Cluster hardening in an aged Al-Cu-Mg alloy. Scripta Mater., 36(5):517–521, 1997.
- [358] WANG, C., STARÍNK , M.J., GAO, N., Precipitation hardening in Al-Cu–Mg alloys revisited. Scripta Mater.,54(2):287–291, 2006.
- [359] AKBAR, A., YASEEN, A., Study of the direct extrusion behavior of aluminum and aluminum alloy-2014 using conical dies. Eng. Tech. J., 30(6):950–958, 2012.

# ÖZGEÇMİŞ

Azim GÖKÇE 30.01.1980'de Merzifon/Amasya'da doğdu. 2003 yılında Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Karabük Teknik Eğitim Fakültesi'nden mezun oldu. 2004 yılında Sakarya Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi'ne Araştırma Görevlisi olarak atandı. 2007 yılında Sakarya Ünievrsitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nden Yüksek Lisans derecesini aldı.

## EKLER

EK-1

1000 Tc	ozu		a	ılüminyum esaslı sert lehim tozlar	
Ürün Kodu	I				
01000-07-	000-0000				
Standardla	ar				
ETIAL-7					
DIN A199.	7				
UNI 4508					
Kimyasal E	Bilesim				
Alasım Bi	lesenleri:		Müsade Edilen	Safsızlıklar:	
3	Aluminyum (Al) : 99,7		Silisyum (Si)	: %0,2	
Aluminyum			Demir(Fe)	: %0,30	
			Diğer (Total)	: %0,10	
			<b>i</b> -		
Fiziksel Öz	zellikler				
Ergime Ar	alığı	: 650-660 °C			
Görünüm	Görünüm		: gri		
Form		: toz			
Yoğunluk	Yoğunluk		m³		
Tane Boyu	Tane Boyutu :		ane boyutunda 1	hazırlanabilir.	
Depolama					
Raf ömrü muhafaza	6 aydır. Güneş ışığ edilmelidir.	ına maruz kalm	mayacak şekilde	serin ve kuru yerlerde	
İs ve Çevre	e Saglıgı				
R65	Yutulduğunda zararlı				
S24	- Deriyle temas ettirmeyin.				
S62	Yutulması halinde konteyneri veya et	kusturmaya ça liketi gösteri	lışmayın: derha n.	l tıbbi yardım alın ve bu	



### **EK-2**

### Gaz Atomize Bakır Tozu

bakır esaslı sert lehim tozları

#### Ürün Kodu

11000-47-000-0000 Standardlar EN 1044 Cu 103 ISO 3677 B-Cu100- 1085 DIN 8513/1 L-Cu AWS B-Cu-1a

Kimyasal Bilesim

Alaşım Bileşenleri: Bakır (Cu) : min %99,9 Müsade Edilen Safsızlıklar:

Toplam (0 ve Ag hariç) : %0,04 max.

#### Fiziksel Özellikler

Ergime Aralığı	: 1085 °C
Çalışma Sıcaklığı	: 1090 °C
Görünüm	: Bakır renginde
Form	: gaz atomize, küresel toz
Yoğunluk	: 4,0-5,0 g/cm <sup>3</sup>
Tane Boyutu	: İstenilen tane boyutunda hazırlanabilir.

#### Depolama

Raf ömrü 6 aydır. Güneş ışığına maruz kalmayacak şekilde serin ve kuru yerlerde muhafaza edilmelidir.

#### İs ve Çevre Saglıgı

R65	Yutulduğunda zararlı				
S24	Deriyle temas ettirmeyin.				
S62	Yutulması halinde kusturmaya çalışmayın: derhal tıbbi yardım alın ve bu konteyneri veya etiketi gösterin.				

