

## Metalik Cam ve Kompozitlerinin Üretimi için Vakum Ark Ergitme ve Döküm Fırının Tasarımı

Aytekin HİTİT<sup>1</sup>, Ziya ÖZGÜR YAZICI<sup>1</sup>, Şükrü TALAŞ<sup>2</sup>, Hakan ŞAHİN<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar.

<sup>2</sup>Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar.

<sup>3</sup>Afyon Kocatepe Üniversitesi, Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi, Afyonkarahisar

e-posta: hitit@aku.edu.tr, yazici@aku.edu.tr, stalas@aku.edu.tr

Geliş Tarihi:22.10.2012; Kabul Tarihi:01.01.2014

### Özet

#### Anahtar kelimeler

Ark ergitme/döküm  
ocağı tasarımı,  
Hızlı soğutma,  
Metalik Cam  
Kompozit

Bu çalışmada vakum ark ergitme ve döküm yapabilme yeteneğine sahip bir döküm ocağı tasarımı yapılmıştır. Kontrollü ve orta dereceli vakum seviyelerinin sağlandığı bu cihazda, yüksek ergime sıcaklığına sahip alaşımların ergitme işlemleri yapılabilmektedir. Laboratuvar ölçekli olan bu tasarım, metalik cam malzemelerin üretiminde kullanılan damlatma/düşürme döküm, eğerek döküm, emmeli döküm ve piston-örs döküm yöntemlerinin hepsini içermektedir. Bu yöntemler sayesinde, koruyucu argon atmosferi altında hızlı soğutma sürecinin ihtiyaç duyulduğu amorf yapıya sahip alaşımların üretilebilmesi amaçlanmıştır. Sonuç olarak, tasarlanan vakum ark ergitme ve döküm cihazı ile kobalt esaslı iri hacimli metalik cam alaşımlar ve amorf alaşım kaplı çeşitli metal kompozit malzemeler üretilerek, elde edilen yeni malzemelerin mikroyapı, mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir.

## Designing of An Arc Melting and Casting Furnace for Production of Metallic Glass and Composites

### Abstract

#### Key words

Arc melting/casting  
furnace,  
Rapid cooling  
Metallic glass  
Composite

In this study, the development of a furnace with the capability of vacuum arc melting and casting is described. Melting process of the alloys with high melting temperatures can be achieved by this machine that involves controlled atmosphere and medium vacuum levels via electric arc. It was also aimed to produce metallic glasses with amorphous structure that needs rapid cooling processes. The design scaled for laboratory utilizes several methods applied for the production of metallic glass materials, such as drop casting, tilt casting, suction casting and piston-anvil casting methods. As a result, Cobalt-based bulk glassy alloys and composite structures coated with metallic glass were successfully produced and investigated the microstructural, mechanical and thermal properties of the alloys.

© Afyon Kocatepe Üniversitesi

### 1. Giriş

Araştırmacılar geleneksel malzemelerin dayanımını artırmak için çeşitli yöntemler üzerinde çalışmaktadırlar. Bu çalışmalar genellikle hata yoğunluğunun veya tane boyutunun kontrol edilmesi ile malzemenin mukavemetinin artırılması şeklinde devam etmektedir. Bu anlayışla ultra ince taneli ve nano yapıları malzemeler üretilmiştir (Fan et al. 2008). Diğer yandan birçok araştırmacı kristal yapının düzensizleştirilmesi ile yüksek mukavemete sahip yeni alaşımlar üretilmesi yoluna başvurmuşlardır. Bu yaklaşım metalik camların ortaya çıkmasına neden olmuştur (Fan et al. 2008). Metalik camlar amorf yapıya sahip kristal olmayan

malzemelerdir. Tane sınırı, dislokasyon gibi kristallere has hataları içermemeleri nedeniyle sahip oldukları yüksek mukavemet, sertlik, elastisite, korozyon direnci ve proses kabiliyetleri gibi dikkat çekici özelliklerinden dolayı, metalik camlara duyulan ilgi gün geçtikçe artmaktadır (Inoue et al. 2006).

Yeni metalik cam kompozisyonlarının etkin bir biçimde tasarlanması ve incelenmesi için, ilk olarak laboratuvar ölçekli üretim süreçlerinin geliştirilmesi kritik önem taşımaktadır. Bu nedenle, araştırmacılar uygun olan ergitme/döküm yöntemlerini seçerken, alaşım kompozisyonlarıyla

ilgili çeşitli parametreleri (liküdü sıcaklığı, oksitlenme olasılığı, ergitme homojenliği vb.) detaylı bir şekilde gözden geçirmektedirler. Literatürdeki metalik cam çalışmalarında genellikle indüksiyon ergitme ve ark ergitme yöntemlerine başvurulduğu görülmektedir (Torrens- Serra et al., 2010, Zhanga et al., 2010). Ergime sıcaklığı yüksek olan alaşımların ergitme işlemlerinde ise ark ergitme işlemi sıkça başvurulan bir yöntemdir. Bundan başka, metalik camların sentezlenmesinde amorf yapıya ulaşmak için çekirdek oluşumu ve büyümesinin engellenmesi veya zorlaştırılması gerekmektedir. Bu zorunluluk, impüriteler ve oksitlenme gibi bozucu etkenlerin olmadığı saf elementlerin kullanıldığı ve inert atmosferlerin kurulduğu çok hızlı soğutma ortamlarının sağlanmasıyla sağlanabilmektedir (Groza et al. 2007, Rao, 2002).

Literatürdeki döküm çalışmaları incelendiğinde, kalın kesitli metalik cam üretmek için çoğunlukla ark ergitme ile beraber emmeli döküm (suction casting) (Groza et al. 2007), damlatma/akıtmalı döküm (drop casting) (Johnson, 1996) veya eğerek döküm (tilt gravity casting) (Hofmann, 2013) yöntemlerinin kullanıldığı görülür. Eğer eriyik metal, bir basınç farkı yardımı ile kalıp içerisine emiliyorsa, yöntemin adı emmeli döküm, eğer kalıp içerisine doğru sadece damlatılıyorsa, bu teknik damlatmalı döküm adıyla anılmaktadır. Emmeli döküm yöntemi 6 mm'den daha düşük çaplardaki numunelerin üretiminde kullanılırken, damlatmalı döküm ve eğerek döküm yöntemlerinin 6 mm'den daha kalın numunelerin üretiminde tercih edildiği görülür (Suryanarayana and Inoue, 2010). Piston-örs döküm yöntemi ilk metalik cam çalışmalarında kullanılmış olan eski bir yöntemdir. Bu yöntemde ergitilecek malzeme indüksiyon bobini arasında levitasyon ile havada (ergitme haznesi olmadan) eriyik hale getirilir (Kim et al., 1994). Daha sonra eriyik haldeki alaşım düşürülerek çarpışan iki piston arasında sıkışmaya maruz bırakılır ve plaka şekilli ürün elde edilir (Ramachandrarao et al., 1980). Bu çalışmada, emmeli döküm, damlatmalı döküm, eğerek döküm ve sıkıştırımlı döküm yöntemleri gibi döküm yöntemlerinin tek bir cihaz içerisine

yerleştirilmesiyle yeni bir ergitme ve döküm ocağı tasarımı yapılmıştır. Ayrıca, tasarlanan bu cihaz ile üretilen çeşitli numunelerin mikroyapısal, mekanik ve termal özellikleri incelenmiştir.

## **2. Materyal ve Metot**

Amorf alaşımların üretiminde ergitme atmosferindeki oksijen konsantrasyonunun yüksek olması amorf yapının oluşmasında bozucu etki göstermektedir (Liu et al., 2002). Bununla birlikte metalik camların üretimindeki diğer bir gereklilik ise, eriyiğin aşırı hızlı soğutma teknikleriyle soğutulmasıdır. Böylece eriyik haldeki alaşımın amorf sıvı yapısı katılaşma esnasında korunur. Buna göre, ilk aşamada yukarıda ifade edilen temel şartlar düşünülerek, inert atmosfer ortamda ergitme işlemi ve aşırı soğutma koşullarının sağlandığı bir döküm süreci tasarlanmıştır. İkinci aşama ise, tasarlanan cihaz ve döküm yöntemleriyle üretilen numunelerin karakterizasyonu yapılmıştır.

### **2.1. Tasarlanan Cihaz ve Özellikleri**

Tasarımı yapılan ergitme ve döküm fırınının tamamlanmış hali Şekil.1'de verilmiştir. Sistemin tamamı kısaca, tungsten uçların düşey ekseninde aşağı/yukarı ve yatay ekseninde dönme hareketini sağlayan motorları içeren üst kısım, pencerelerin bulunduğu ve üst kapağa flanş ile kapatılan orta kısım ve ergitme/döküm kalıbının bulunduğu, tezgaha sabitlenmiş alt kısımdan oluşmaktadır. Sistemdeki motor ve diğer hareketli parçalar bir pano yardımıyla kontrol edilmektedir. Bununla birlikte tüm ısınan parçaların soğutulmasında kullanılan soğutma sistemi, elektrik arkının oluşturulmasında kullanılan 2 adet güç kaynağı, koruyucu ortamın oluşturulmasında kullanılan yüksek saflıktaki Ar gazı tüpleri de cihaz ile beraber kullanılmaktadır.

Ergitme süreci, tungsten uç (anot) ve bakır kalıp (katot) arasında kalan numunenin, elektrik arkının oluşumu ve oluşan yüksek sıcaklık vasıtasıyla ergitilmesi prensibine dayanmaktadır. Kullanılan bakır kalıbın iki ana görevi bulunmaktadır. Birincisi,

yüksek elektriksel iletkenliği sayesinde ark ergitme sürecinde katot görevi üstlenmesidir. Diğer ise, bakırın yüksek ısıl iletkenliğinin, yüksek soğutma hızlarına ulaşılmasına imkan vermesidir. Böylece döküm sıcaklığındaki eriyik alaşım oda sıcaklığındaki bakır kalıp sayesinde aşırı hızlı soğutulur.

Şekil.2’de vakum emmeli döküm sistemi parçaları verilmiştir. Bakır kalıp yalıtkan poliamid hazne içerisine yerleştirilmiştir. Bakır kalıp üzerinde ergitilen alaşım vakum pompası yardımı ile emilerek kalıp içerisine hızlı bir şekilde çekilmektedir. Şekil.3’te sırasıyla vakum emmeli döküm yöntemi, pinömatik sıkıştırımlı döküm yöntemi, damlatma/düşürme yöntemi ve eğerek döküm yöntemleri şematik olarak verilmiştir. Sıkıştırımlı döküm yönteminde, zıt yönde hareket eden pinömatik iki piston hızlı bir şekilde çarpışarak, 20 µm’den daha kalın folyolar üretilebilmektedir (Şekil.3b). Damlatma/düşürme yöntemi ise iki parçalı bir ergitme haznesinde ergitilen bir alaşımın belirli bir yükseklikten kalıp girişine yerçekimi etkisiyle düşürüldüğü bir yöntemdir (Şekil.3c). Eğerek döküm yönteminde ise ergitme haznesi ve döküm kalıbı senkronize bir şekilde dönerek döküm işlemi gerçekleştirilmektedir (Şekil.3d).

## 2.2. Deneysel Çalışmalar

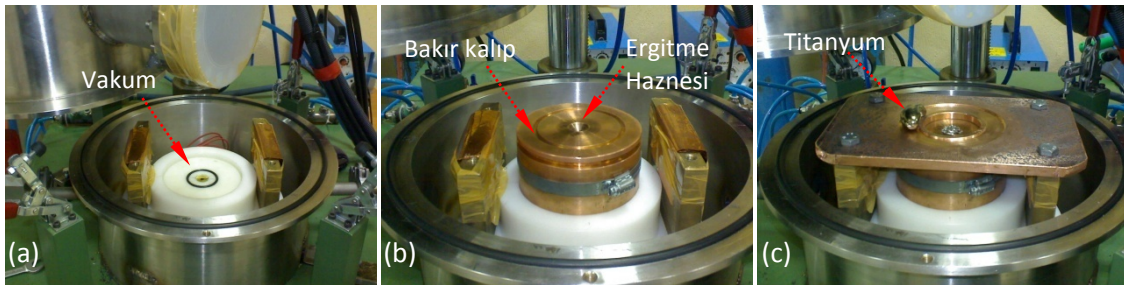
Çok bileşenli  $Co_{43-x}Cu_{x-z}Al_zFe_{20}Ta_{5,5}B_{31,5-y}Si_y$  ( $x=0,5-1,5$ ,  $y=5-10$  ve  $z=0,25$ ) alaşımları Ti-oksijen tutuculu, argon atmosferi altında ark ergitme işlemi ile hazırlanmıştır.

Başlangıç elementleri olarak saf Co (%99,8), Al (%99,8), Fe (%99,9), Cu (%99,7), Ta (%99,9), B (%98,0) ve Si (%99,9) kullanılmıştır. Uygun bileşimde hazırlanan toz karışım, hidrolik preste tablet haline getirildikten sonra, Ar atmosferli ark ergitme işlemi ile ergitilerek master alaşım haline getirilmiştir. Kimyasal homojenliğin sağlanması amacıyla ergitme işlemi en az üç kere yapılmıştır.

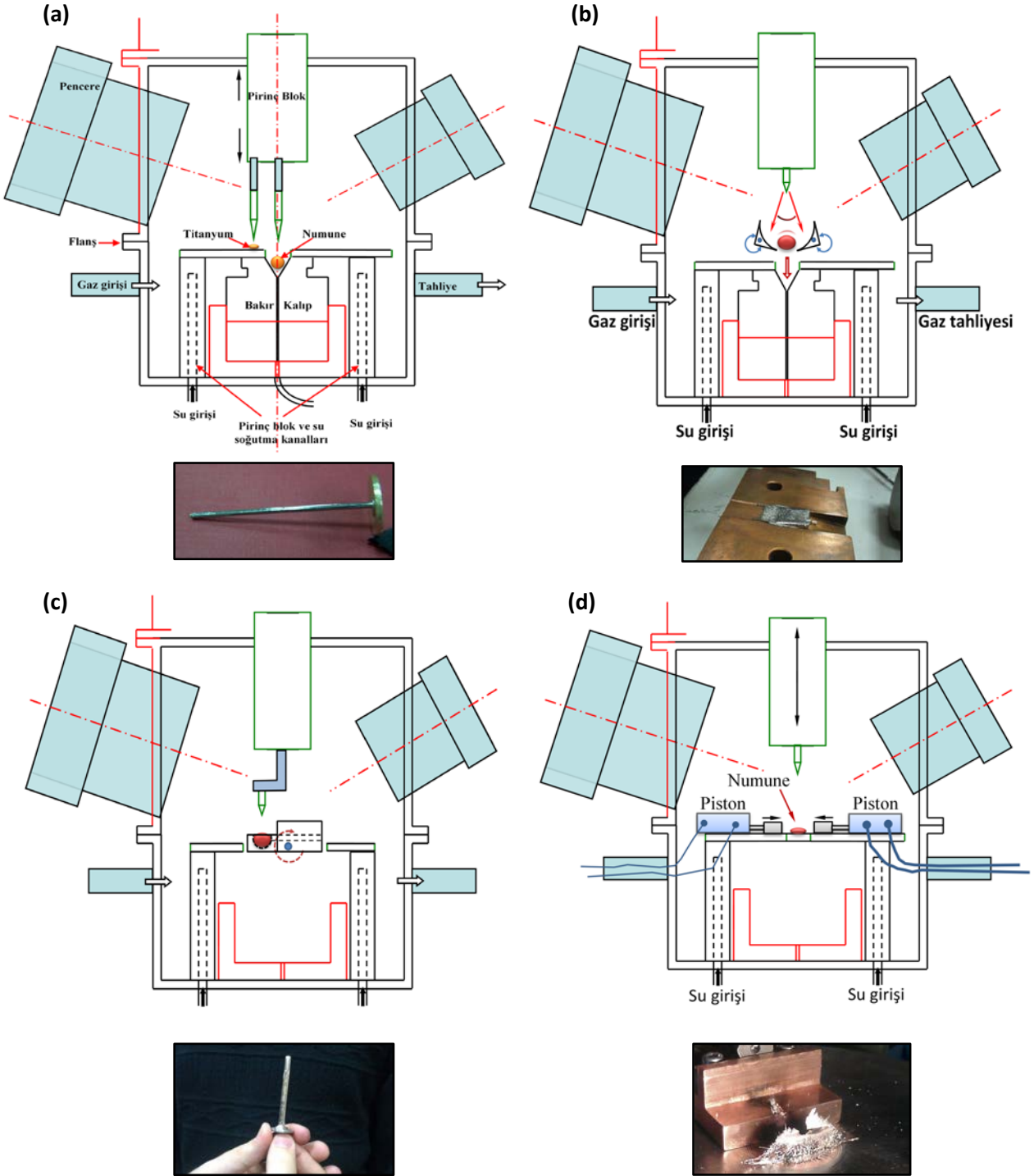


Şekil 1. Tasarımı yapılan ark ergitme ve döküm ocağı

Daha sonra, master alaşımlardan alınan uygun miktarlardaki numune parçaları emmeli döküm, akıtmalı döküm, eğerek döküm ve piston-örs sıkıştırımlı döküm yöntemleriyle dökülmüştür. Amorf ve kristal fazlar X-ışınları difraksiyon yöntemi ile (XRD, Cu-K $\alpha$ , Shimadzu 6000 XRD) ile belirlenmiştir. Kesit yüzey incelemeleri optik mikroskop (Olympus-BX51M) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM, LEO 1430 VP) ile değerlendirilmiştir. Ayrıca alaşımların cam geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) ve diğer termal özellikleri DSC (Netzsch STA 409 Pc/Pg) (0.33 K/s ısıtma hızı) ile tespit edilmiştir. Bununla birlikte mekanik özellikler vickers microsertlik ölçümleri (Shimadzu HVM-2L) ile incelenmiştir.



Şekil.2 Ergitme ve döküm işleminin gerçekleştirildiği alt kısım (a) Emme işlemi açıklığı, (b) bakır kalıp ve ergitme haznesi, (c) oksijen tutucu titanyum çubuk



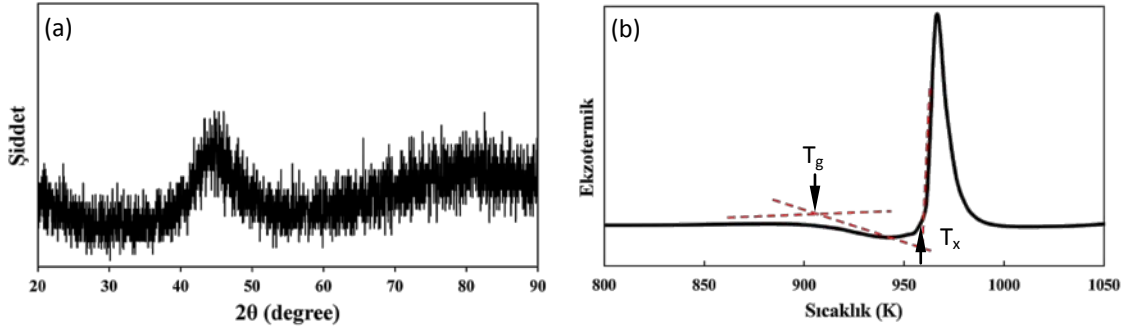
Şekil 3 Tasarımı yapılan ark ergitme/döküm ocağı ve döküm yöntemleri; (a) Vakum emmeli döküm (b) akıtma/düşürme döküm, (c) eğerek döküm, (d) pinömatik sıkıştırırmalı döküm

### 3. Bulgular

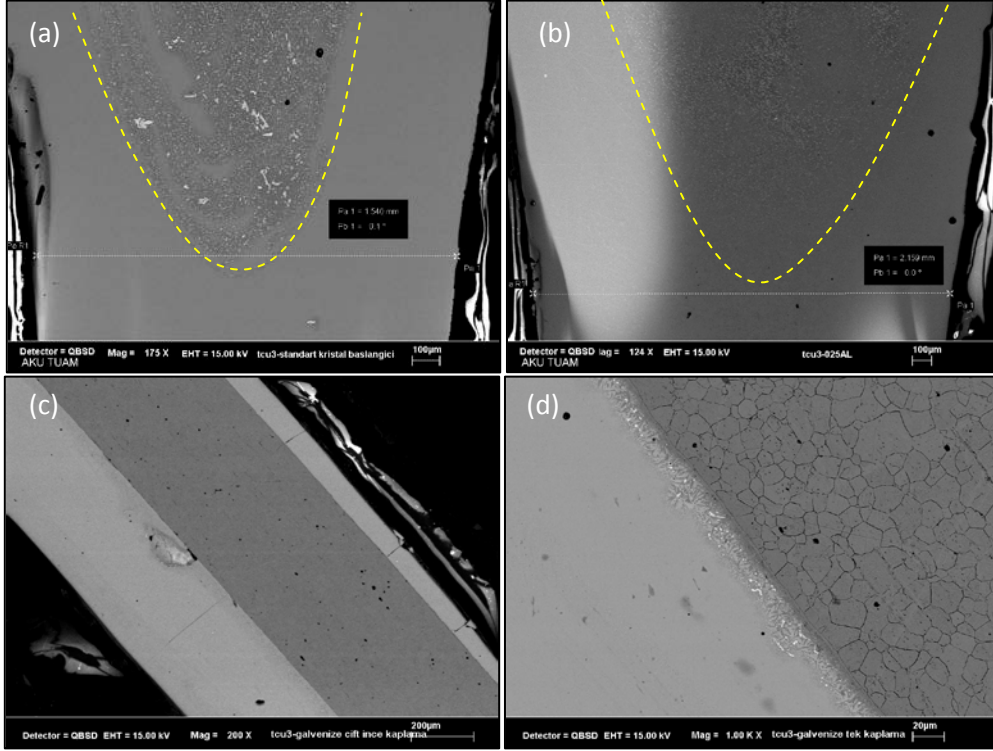
İlk olarak,  $Co_{43}Fe_{20}Ta_{5.5}B_{26.5}Si_5$  alaşımı Şekil.3a'da gösterilen vakum emmeli döküm yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde dökülmüştür. Şekil.4a'da verilen XRD deseninde üretilen 3 mm kalınlığındaki çubuk numunenin amorf yapıya sahip olduğu görülmektedir. Bununla birlikte cam geçişini

ortaya koyan endotermik olay Şekil.4b'deki DSC analizinde de açıkça gözlenmektedir.

Bu alaşımın camlaşma kabiliyetinin geliştirilmesi üzerine yapılan daha önceki çalışmada, silisyum ve bakırın beraber etkisi incelenmişti (Yazıcı Z.Ö., 2011).



Şekil. 4 3 mm çapında üretilen silindirik çubuk şekilli  $Co_{43}Fe_{20}Ta_{5.5}B_{26.5}Si_5$  alaşımına ait (a) XRD ve (b) DSC analizi



Şekil.5 (a) Katkısız ve (b) % 0,25 Al katkılı kama şekilli  $Co_{41.5}Cu_{1.5-x}Al_xFe_{20}Ta_{5.5}B_{26.5}Si_5$  alaşımının camlaşma kalınlıkları; (c) ve (d) amorf metal-metal kompozit malzemenin bağlanma arayüzeyi

Çizelge.1 Üretilen amorf metal-metal kompozit malzemedeki sertlik ölçümleri

	Vickers Mikrosertlik (Hv)
Çelik sac	199
Arayüzey	1266
Metalik cam	1323

Si ve Cu katkısının olumlu etkisinin yanında alüminyum ilavesinin de etkili olabileceği düşünülmüştür. Kama şekilli numunelerin geometrisi, aynı numunenin farklı kalınlıklarının tek seferde incelenmesinde avantaj sağlamaktadır. Bu amaçla,  $Co_{41.5}Cu_{1.5}Al_zFe_{20}Ta_{5.5}B_{26.5}Si_5$  alaşımının camlaşma kabiliyetine alüminyumun etkisini incelemek için akıtma/düşürme yöntemi (Şekil.3b)

kullanılarak kama şekilli numuneler üretilmiştir. Şekil.5b'de % 0,25 Al katkısı ile üretilen  $Co_{41.5}Cu_{1.25}Al_{0.25}Fe_{20}Ta_{5.5}B_{26.5}Si_5$  alaşımının SEM mikroyapısı verilmiştir. Kristal fazlar katkısız alaşımda 1,54 mm kalınlığındaki bölgede gözlenirken, alüminyum ilaveli numunede camsı yapının yaklaşık 2,2 mm kalınlığına kadar devam ettiği gözlenmektedir. Buna göre, minör miktardaki

Al ilavesinin camlaşma kabiliyetini olumlu yönde geliştirdiği söylenebilir. Bu alaşımın kritik döküm kalınlığını tespit etme çalışmaları yukarıda ifade edilen diğer yöntemler kullanılarak devam etmektedir.

Pinömatik sıkıştırılmalı döküm yöntemi, tabakalı kompozit yapıların üretilmesi için uygun bir yöntem olarak düşünülmektedir. Bu yöntem kullanılarak metalik cam-çelik sac kompozit numuneleri üretilmiştir ve  $Co_{41.5}Cu_{1.5}Fe_{20}Ta_{5.5}B_{26.5}Si_5$  alaşımı çelik sac üzerine piston-örs döküm yöntemi ile başarılı bir şekilde kaplanmıştır. Şekil.5c ve d'de verilen mikroyapı fotoğraflarında bağlanma arayüzünde porozitenin olmaması dikkat çekicidir. Bununla birlikte, elde edilen yeni kompozit malzemenin yüzeyi tane sınırı içermeyen, parlak ve yüksek sertlikteki metalik camın özelliklerini taşımaktadır. Ölçülen sertlik değerleri Çizelge.1'de verilmiştir. Artan sertlik sayesinde malzemenin aşınma özelliklerinin de geliştiği söylenebilir. Bu özellikleriyle hafiflik, aşınma dayanımı ve korozyon direnci beklentisinin olduğu uygulamalar için aranan bir malzeme olmaya aday gibi görünmektedir.

#### 4. Tartışma ve Sonuç

Tasarımı yapılan vakum ark ergitme ve döküm cihazı ile en az dört döküm yöntemi tek bir cihazda toplanmıştır. Bununla birlikte metalik cam malzemeler başarılı bir şekilde üretilebilmektedir. Az miktarda ilave edilen alüminyum Co-Fe-Ta-B alaşımının camlaşma kabiliyetini geliştirmiştir. Tasarlanan pinömatik sıkıştırılmalı döküm yöntemi ile kalın metalik cam kaplamalar veya amorf metal-metal kompozit malzemeler başarılı bir şekilde üretilmiştir.

#### Teşekkür

Bu çalışma TÜBİTAK 104M124 no'lu proje kapsamında yapılmıştır.

#### Kaynaklar

- Fan J., Zhang Z., Shen B., Mao S.X., 2008, Plastic deformation of a Co based metallic glass composite with in situ precipitated dendritic phases, *Scripta Materialia*, 59, 603-606.
- Hoffman D.C., *Bulk Metallic Glasses and Their Composites: A Brief History of Diverging Fields*, *Journal of Materials*, Vol.2013, 517904.
- Inoue, A., Shen, B.L., Chang, C.T., 2006, Fe- and Co-based bulk glassy alloys with ultrahigh strength of over 4000 MPa, *Intermetallics*, 14, 936-944.
- Johnson W.L., 1996, *Fundamental Aspects of Bulk Metallic Glass Formation in Multicomponent Alloys*, *Mater. Sci. Forum Vols. 225-227*, p.35-50.
- Kim, Y.L., Busch, R., Johnson W.L., Rulison, A. J., Rhim W.K.K., 1994, Metallic glass formation in highly undercooled  $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10.0}Be_{22.5}$  during containerless electrostatic levitation processing, *Applied Physics Letter*, Vol.65, 17, 2136-2138.
- Liu C.T., Chisholm M.F., Miller M.K., 2002, Oxygen impurity and microalloying effect in a Zr-based bulk metallic glass alloy, *Intermetallics*, 10, 1105-1112.
- Ramachandrarao,P., Ranganathan S., Anantharaman T.R., 1980, Production and characterisation of amorphous alloys at varanasi, *Bull., Mater. Sci.*, Vol.2, No.1, January, 17-29.
- Rao K.J., 2002, *Structural Chemistry of Glasses*, Elsevier Science, Oxford, UK.
- Suryanarayana C., Inoue A., 2010, *Bulk Metallic Glasses*, CRC Press, 145-186.
- Torrens- Serra J., Bruna P., Rodriguez-Viejo J., Roth S., Clavaguera-Mora M.T., 2010, Effect of minor additions on the glass forming ability and magnetic properties of Fe-Nb-B based metallic glasses, *Intermetallics*, 18, 773-780.
- Yazıcı Z.Ö., 2011, İri Hacimli Metalik Camların Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu, Doktora, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Afyonkarahisar, 205.
- Zhanga Q.S., Zhang W., Louzguine-Luzgin, D.V., Inoue A., 2010, Effect of substituting elements on glass-forming ability of the new  $Zr_{48}Cu_{36}Al_8Ag_8$  bulk metallic glass-forming alloy, *Journal of Alloys and Compounds* 504S, S18-S21.