
Araştırma Makalesi / Research Article

Sıcak Presleme Yöntemi ile AZ91 Magnezyum Alaşımının Üretimi

Tarık AYDOĞMUŞ^{1*}, Fevzi KELEN², Erhan AYDEMİR¹

¹Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Van

²Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi, Motorlu Araçlar ve Ulaştırma Teknolojileri Bölümü, Van

(ORCID: 0000-0002-0928-5095) (ORCID: 0000-0003-3900-4503) (ORCID: 0000-0002-9586-819X)

Öz

En çok kullanılan ticari magnezyum (Mg) alaşımı olan AZ91'in %90'ı basınçlı döküm yöntemiyle üretilmektedir. Basınçlı dökümün birçok avantajı olmasına rağmen, işlem sırasında oluşan gaz boşlukları nedeniyle bu yöntemle üretilen AZ91 alaşımlarına ısıtma işlemi uygulanamamakta ve kaynak sırasında çeşitli problemlerle karşılaşmaktadır. Bu çalışmada, mikroyapısında üretim sonrasında herhangi bir şekilde hapsolmuş gaz ve boşluk içermeyen AZ91 alaşımlarının üretilmesi hedeflenmiştir. Ön alaşımlı AZ91D tozları 420, 450 ve 500 °C sıcaklıklarında 1 saat süreyle sıcak preslenerek numuneler üretilmiştir. Presleme basıncı 50 MPa olarak sabit tutulmuştur. Üretilen numuneler tel erezyon ile 5x5x10 (mm) boyutlarında kesildikten sonra Arşimet metodu ile yoğunlukları ölçülmüş, X-Işını Diffraktometresi (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile mikroyapıları incelenmiştir. 450 ve 500 °C'de yapılan sıcak presleme işlemi sırasında AZ91 alaşımında kısmi erime meydana geldiği gözlemlenmiş ve bunun nedeninin Mg-Al ikili faz diyagramındaki 437 °C'de yer alan ötektik faz dönüşümünün gerçekleşmesi olduğu ortaya konulmuştur. 420 °C'de 1 saat süre ile yapılan sıcak presleme sonrasında AZ91 alaşımının tam yoğunluğa ulaştığı tespit edilmiştir. XRD ve SEM analizleri sonucunda mikroyapının α (Mg'ca zengin) ve β ($Mg_{17}Al_{12}$) fazlarından oluştuğu belirlenmiştir. Üretilen alaşımların mekanik özellikleri oda sıcaklığı, 100, 150 ve 200 °C'de yapılan basma testleri ile belirlenmiştir. Sıcak presleme yöntemiyle üretilen AZ91 alaşımının mekanik özelliklerinin döküm yöntemleriyle üretilenlerden daha iyi olduğu görülmüş, akma dayanımı, basma dayanımı ve süneklik için sırasıyla 183 MPa, 241 MPa ve %10.1 değerleri elde edilmiştir. Beklendiği üzere, test sıcaklığı arttıkça akma ve basma mukavemetlerinde azalma, süneklikte ise artış görülmüştür.

Anahtar kelimeler: Magnezyum, AZ91 Alaşımı, Mekanik Özellikler, Mikroyapı, Toz Metalurjisi, Sıcak Presleme

Processing of AZ91 Magnesium Alloy via Hot Pressing Technique

Abstract

90% of AZ91, the most commonly used commercial magnesium alloy, is produced by pressure die casting. Despite the many advantages of pressure die casting, AZ91 alloys produced by this method cannot be heat treated due to the gas pores formed during the process, and various problems are encountered during welding. In this study, it is aimed to produce AZ91 alloys that do not contain any entrapped gas and pores in the microstructure after production. The pre-alloyed AZ91D powders were hot pressed at 420, 450 and 500 °C for 1 hour to produce samples. Pressing pressure was kept constant to be as 50 MPa. Having produced the samples were cut in the dimensions of 5x5x10 (mm) via wire electrical discharge machining. Density of the samples were measured by Archimedes' method and X-ray diffractometer (XRD) and scanning electron microscope (SEM) were used to examine microstructures. During the hot pressing process carried out at 450 and 500 °C, partial melting of the AZ91 alloy was observed due to the eutectic phase transformation in the Mg-Al binary phase diagram occurring at 437 °C. The AZ91 alloy was found to reach full density after hot pressing at 420 °C for 1 hour. XRD and SEM analyzes revealed that the microstructure was composed of α (Mg-rich) and β ($Mg_{17}Al_{12}$) phases. The mechanical properties of the alloys produced were determined by compression tests at carried out at room temperature, 100, 150 and 200 °C. The mechanical properties of the AZ91 alloy produced by hot pressing were found to be better than those produced by casting methods and values of 183 MPa, 241 MPa and 10.1% were obtained for yield strength, compressive strength and ductility, respectively. As expected, as the test temperature increased, the yield and compressive strengths decreased and the ductility increased.

Keywords: Magnesium, AZ91 alloy, Mechanical Properties, Microstructure, Powder Metallurgy, Hot Pressing

*Sorumlu yazar: aydogmus@yyu.edu.tr; aydogmustarik@gmail.com

Geliş Tarihi: 19.04.2019, Kabul Tarihi: 19.09.2019

1. Giriş

Mg endüstride demir ve alüminyumdan sonra en çok kullanılan yapısal metalik malzemedir. Mg'un demir ve alüminyuma göre çok daha az kullanılmasının nedeni korozyon direncinin düşük olması, düşük elastisite modülü ve mukavemeti, yüksek sıcaklık mekanik özelliklerinin, özellikle mekanik dayanım ve sürünme direncinin yetersiz olması, düşük süneklik ve yanıcı olmasıdır. Mg'un performansını önemli ölçüde etkileyen bu dezavantajlarına karşın sahip olduğu bir takım avantajlar da vardır. Örneğin, 1.738 g/cm^3 olan yoğunluğu, demir (7.87 g/cm^3) ve alüminyumunkine göre (2.7 g/cm^3) sırasıyla yaklaşık %78 ve %35 daha azdır. Bu nedenle, özellikle düşük ağırlığın kritik bir parametre olduğu otomotiv ve havacılık gibi uygulamalarda Mg kullanımını oldukça cazip hale getirmektedir. Bir otomobilin yakıt tüketimi %60 oranında araç ağırlığına bağlıdır ve araç ağırlığındaki %10'luk bir azalma kabaca %5'lik bir yakıt tasarrufu sağlamaktadır. Yakıt tüketiminin azaltılması beraberinde CO₂ salınımlarının düşürülmesini ve mevcut petrol rezervlerinin daha verimli kullanılmasını getirecektir. Mg ve Mg alaşımları yüksek özgül dayanıma ve yüksek sönümlenme kapasitesine sahiptirler. Korozyon dirençleri basit önlemlerle (yüksek saflık ya da alaşım elementleri ilavesi) istenilen seviyelere getirilebilir. Kolay ulaşılabilir ve geri dönüştürülebilir olması da Mg ve alaşımlarının başka bir avantajıdır. Bütün bu pozitif özellikleri nedeniyle Mg ve alaşımları otomobil ve havacılık dışında da pek çok uygulama alanı bulmuştur. Nükleer uygulamalar, savunma sanayi, uzay, metalurjik prosesler (çeliğin korozyondan korunması, çelik üretiminde desülfürasyon, alaşım elementi, indirgeyici vb.), kamera, cep telefonu ve taşınabilir bilgisayar kasalarının imalatı, çeşitli ev eşyalarının imalatı ve biyomalzeme uygulamaları aklı ilk gelen örneklerdir [1-5].

AZ91 (ağırlıkça %9 Al (alüminyum) ve %1 Zn (çinko) içeren Mg alaşımı), diğer Mg alaşımları ile karşılaştırıldığında daha yüksek dayanım özellikleri gösteren ve bu nedenle endüstride en çok kullanılan ticari Mg alaşımıdır. Aynı zamanda çok iyi bir dökülebilirlik sergileyen AZ91 alaşımlarının üretilmesinde en çok basınçlı döküm yöntemi kullanılmaktadır [2, 6, 7]. Bu yöntemin yüksek miktarlarda üretilebilirlik, iyi yüzey kalitesi, yüksek soğuma hızlarından dolayı küçük tane boyutu, karmaşık şekil üretim kolaylığı, düşük maliyet gibi avantajları olmasına rağmen, malzeme içinde kalan gaz boşlukları, kalın kesitte döküm sınırlılığı, kaynak ve ısıl işlem sınırlılığı gibi dezavantajları da bulunmaktadır. Basınçlı dökümde sıvı metalin kalıba doldurulması esnasında meydana gelen türbülans nedeniyle sıvı metal içerisinde hapsolan gazlar hızlı soğumanın bir sonucu olarak katılmış döküm mikroyapısında da bulunmaktadır. Bu gazlar döküm sonrası uygulanan çözeltiye alma (T4) ve yaşlandırma (T6) ısıl işlemleri sırasında genişleyerek yüzey kabarmalarına ve malzemenin çarpılmasına neden olmaktadır. Bu yüzden basınçlı döküm yöntemi ile üretilen AZ91 alaşımları ısıl işlem yapılmadan kullanılmaktadırlar [2, 8, 9].

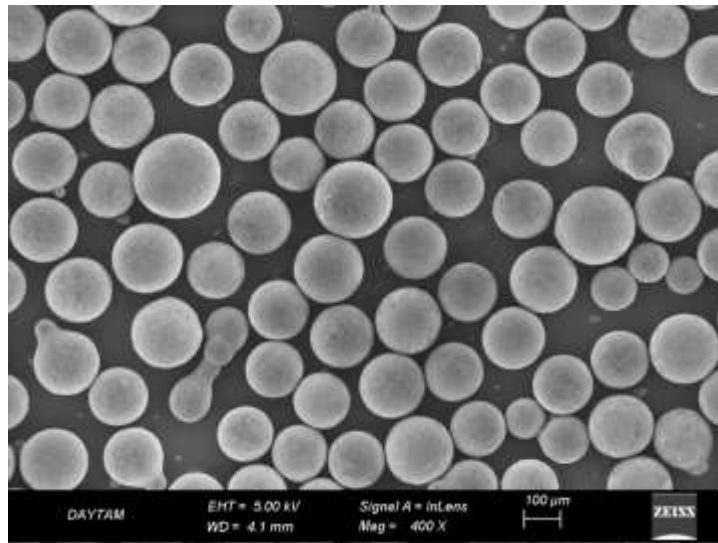
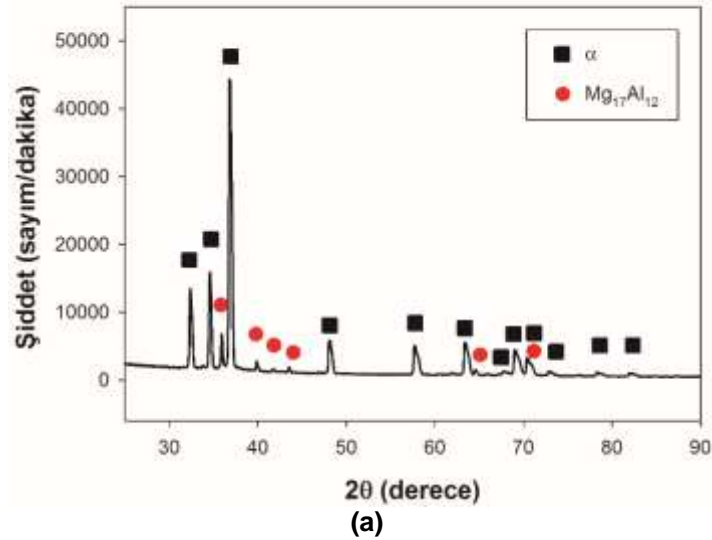
Döküm yöntemlerine alternatif olarak AZ91 alaşımları toz metalurjisi yöntemleriyle de üretilebilir. Toz metalurjisi yöntemleri ile üretilebilen küçük taneli yapı daha iyi dayanım değerleri sağlarken, ikincil işlemlere olan gereksinimin çok az ya da hiç olmaması ve üretim için daha düşük sıcaklıklara ihtiyaç duyulması daha düşük maliyet avantajını beraberinde getirmektedir. Literatürde AZ91 alaşımlarının toz metalurjisi ile üretilmelerini konu edinen son derece sınırlı sayıda yayın bulunmaktadır [10-13]. AZ91 matrisli kompozitlerin üretilmesinde ise dökümde karşılaşılan sorunlar yüzünden toz metalurjisi yöntemlerinin sıklıkla kullanıldığı görülmektedir [14-18]. Mg ve alaşımlarının üretiminde toz metalurjisinin tercih edilmemesinin iki temel nedeni bulunmaktadır. Bu alaşımların oksijenle reaksiyona girmesi çok kolay olduğundan tozların yüzeyinde oluşması muhtemel ince magnezyum oksit (MgO) tabakası, sinterlenme sırasında difüzyonu önlemekte, tozlar arasında zayıf ve kırılğan tane sınırlarının oluşmasına dolayısıyla düşük mekanik özelliklere neden olmaktadır. Klasik presleme ve ardından uygulanan sinterleme işleminde ise önemli oranda gözeneklerin kalması bir diğer problemdir [19].

Bu çalışmada, mikroyapısında üretim sonrasında herhangi bir şekilde hapsolmuş gaz ve boşluk içermeyen dolayısıyla ısıl işlemlere uygun AZ91 alaşımlarının üretilmesi hedeflenmiştir. AZ91 alaşımı toz metalurjisi yöntemlerinden biri olan tek eksenli sıcak presleme yöntemi ile üretilmiştir. Sıcak preslemeyi geleneksel toz metalurjisinden ayıran yönü presleme ve sinterleme işleminin eş zamanlı olarak yapılmasıdır. Basıncın uygulanması ile başlangıçta kalıba konulan AZ91D alaşım tozları arasında bulunan gözeneklerin tamamen elimine edilmesi, temiz yüzeyli tozların kullanılması ile de tozlar arasında iyi bir sinterlenmenin sağlanması ile yüksek dayanım ve sünekliğin elde edilmesi amaçlanmıştır. Mg-Al ikili denge diyagramından [20] görüleceği üzere %9 alüminyum içeriği temel

alındığında 330 °C'nin altındaki sıcaklıklarda yapılan yaşlandırma ısıl işlemi sonucunda Mg₁₇Al₁₂ (β) fazı çöktürüldüğü elde edilebilmektedir. Sıcak presleme işleminin soğuma aşamasında eş zamanlı olarak uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi esnasında bu metaller arası bileşiğin oluşması üzerinde uygulanan basıncın etkisini ortaya çıkarmak çalışmanın diğeri bir hedefini oluşturmaktadır.

2. Materyal ve Metot

Numunelerin üretiminde, TangShan WeiHao Magnesium Powder Co. Ltd. (Çin) firmasından temin edilen 150-300 µm boyutlarında, inört gaz atomizasyonu ile üretilmiş küresel şekilli AZ91D alaşım tozu kullanılmıştır. AZ91D tozu standart alaşım AZ91 ile aynı olup, "D" harfi alaşımın mekanik ve korozyon özellikleri ile mikroyapısını iyileştirmek için alaşım elementlerinin miktarında küçük değişiklikler yapıldığını göstermektedir. Tozun kimyasal bileşimi ağırlıkça %90.4 Mg, %8.93 Al ve %0.43 Zn'den oluşmaktadır. AZ91D tozlarına ait XRD kırınım deseni ve SEM görüntüsü Şekil 1'de verilmiştir. Görüleceği üzere alaşım tozu matris fazı olan α fazına ek olarak Mg₁₂Al₁₇ (β) çöktürüldüğü fazını da içermektedir. Ayrıca tozlarda kirliliğe, kötü sinterlenmeye ve düşük mekanik özelliklere neden olan oksit, karbür veya nitrür gibi istenmeyen ikincil fazların bulunmadığı hem XRD hem de SEM analiz sonuçları ile teyit edilmiştir. AZ91D alaşım tozu argon gaz atomizasyonu yöntemi ile üretildiği için küresel parçacıklardan oluşmaktadır.



Şekil 1. AZ91D alaşım tozuna ait a) XRD kırınım deseni, b) SEM görüntüsü

AZ91D alařım numuneleri sıcak presleme yöntemi ile üretilmiştir. Sıcak presleme yöntemini geleneksel toz metalurjisi yönteminden ayıran özelliđi basınç ve sıcaklıđın aynı anda uygulanmasıdır. Numuneleri üretmek için MSE_M_HP_1300 model sıcak pres cihazı kullanılmıştır. Cihaz maksimum 1200 °C çalışma sıcaklıđı ve 10 tonluk yükleme kapasitesine sahiptir. Numune üretimi sırasında basınç manuel olarak uygulanırken, sıcaklık ise PID üniteden otomatik olarak kontrol edilmektedir. Tozlar 15 ve 40 mm iç çapında içi boş silindirik grafit kalıplara doldurulduktan sonra sıcak prese yerleştirilmiş ve 10 °C/dak hızla presleme sıcaklıđına ısıtılmıştır. Üretim parametrelerini optimize etmek için yapılan ön deneylerde 15 mm iç çapındaki kalıplar kullanılmış, optimizasyon sonrası 40 mm iç çaplı kalıplarda üretime devam edilmiştir. Gerek 15 mm gerekse 40 mm iç çaplı silindirik kalıplarda, üretim sonrası numune kalınlıđı 10 mm olarak sabit tutulmuş ve gerekli toz miktarları bu yükseklik esas alınarak hesaplanmıştır. Sıcak presleme işlemleri 420, 450 ve 500 °C sıcaklıklarında 1 saat süreyle gerçekleştirilmiştir. Sonrasında numuneler sıcak pres içerisinde sođutulmuş ve sıcaklık 150 °C'ye düřtüđünde cihazdan alınmıştır. Isıtma, presleme ve sođutma aşamalarının tümünde 50 MPa'lık sabit bir gerilme uygulanmıştır. Gerilimin β fazının çökmesindeki etkisini ortaya çıkarmak için bir numune grubuna sođuma aşamasında herhangi bir basınç uygulanmamıştır. Yine bütün aşamalar sırasında numuneler argon gazı akışı ile oksitlenmeden korunmuştur. Üretilen numuneler tel erezyon ile 5x5x10 (mm) boyutlarında kesildikten sonra Arşimet metodu ile yoğunlukları ölçülmüştür. Bunun için Precisa LS 220A model, 220 g kapasiteli ve 0.0001 hassasiyetli analitik terazi ve yoğunluk kitinden yararlanılmıştır. Bařlangıç tozlarında ve üretilen numunelerde fazların belirlenmesi için XRD deneyleri yapılmıştır. Bu amaçla, Panalytical marka Empyrean model cihazda 20-90° 2 θ açılarında, 2°/dak tarama hızı kullanılarak numunelerdeki fazlar belirlenmiştir. SEM analizleri öncesinde numuneler metalografik zımparalama ve parlatma işlemlerine tabi tutulmuş sonrasında, %5 nital çözeltisi (95 ml etanol + 5 ml nitrik asit) ile 2 dakika süre ile dađlanmışlardır. SEM analizleri için Zeiss marka Sigma 300 model cihaz kullanılmıştır. Numune mikro yapılarında bulunan fazların kimyasal bileşeni SEM cihazında bulunan EDS detektörü ile belirlenmiştir. Sıcak presleme yöntemi ile üretilen AZ91D alařım numunelerinin basma deneyleri Raagen marka üniversal çekme-basma test cihazında yapılmıştır. Basma deneyleri dört farklı sıcaklıkta (oda sıcaklıđında (~25 °C), 100 °C, 150 °C ve 200 °C) ve 0.5 mm/dak hızda yapılmıştır. AZ91 alařımları belirgin akma göstermediklerinden, akma dayanımları %0.2 offset metodu ile belirlenmiştir.

3. Bulgular ve Tartışma

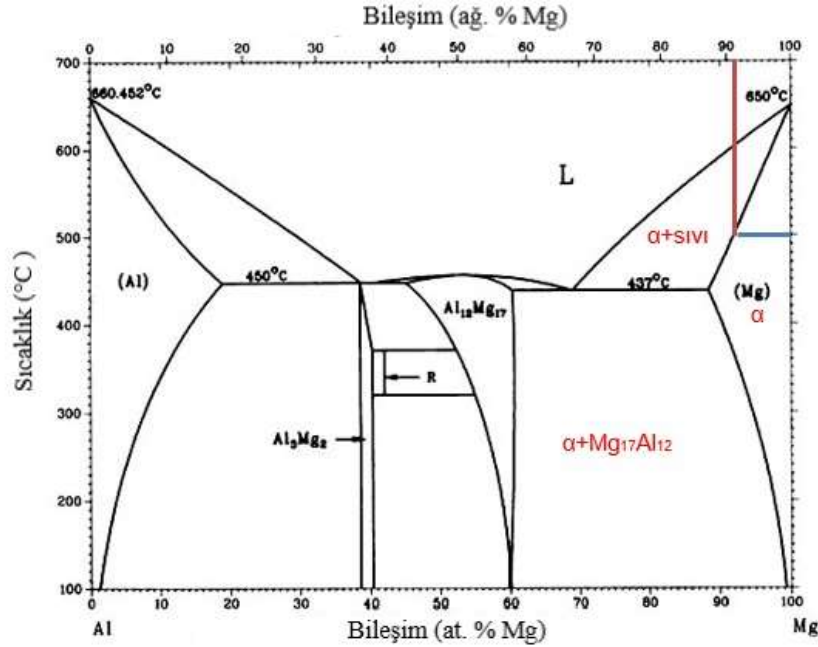
Sıcak presleme işleminde, sıcaklık, basınç ve süre olmak üzere kontrol edilebilecek üç tane temel üretim parametresi mevcuttur. Basınç en kısa sürede tam yoğunluđa ulaşmak için, grafit kalıplar kullanıldığında uygulanabilecek maksimum basınç olan 50 MPa olarak seçilmiş ve tüm numune üretimlerinde kullanılmıştır. Aynı şekilde sıcak presleme süresi de ön deneyler sonucunda 1 saat olarak belirlenmiş ve tam yoğunluđu sağladığı görülmüştür. AZ91D numune üretiminde presleme sıcaklıđı 500 °C olarak uygulandığında, ısıtma esnasında 438 °C'ye ulařıldığında uygulanan basıncın aniden düřtüđu gözlenmiştir. Basınç tekrar 50 MP'a çıkarılmak istenmiş fakat bu mümkün olmamıştır. Grafit takım kalıbı sođuma sonrası prestenden çıkarılınca kalıp boşluđunda sıvı faz oluştuđu ve bu fazın kalıp-zımba ara yüzeyinden sızarak kalıp üzerinde ve zımba yüzeylerinde katılařtığı görülmüştür. Bunun üzerine presleme sıcaklıđı 450 °C'ye düşürülmüş fakat yine aynı durum (Şekil 2) gözlenmiştir.

Atomizasyon yöntemiyle üretilmiş AZ91D alařım tozlarının, atomizasyon sonrasında çok hızlı sođutulacakları varsayılarak tozların iç yapısında Mg₁₇Al₁₂ metaller arası bileşiminin oluşmayacağı tahmin edilmiştir. Fakat yapılan XRD analizi sonucunda (Şekil 1a) Mg₁₇Al₁₂ fazının bulunduđu tespit edilmiştir. Şekil 3'de verilen Al-Mg ikili denge diyagramı dikkatle incelenirse sıvı faz oluşumunun nedeni anlaşılabilir. Ađırlıkça %9 Al içeren alařımda ilk sıvının oluştuđu sıcaklık şekil üzerinde gösterildiđi gibi hemen 500 °C'nin üzerindedir. Mg₁₇Al₁₂ fazının tozun iç yapısında bulunmaması durumunda 500 °C'de tamamen katı halde presleme işlemi yapılabilirdi. Ancak bařlangıç tozu Mg₁₇Al₁₂ çökeltilerini içerdiğinden hem 500 hem de 450 °C'de yapılan ön deneylerde sıvı faz oluşumu kaçınılmaz olmuştur. Mg₁₇Al₁₂ bileşiminin oluşabilmesi için 17 Mg atomuna karşılık 12 Al atomu gerekmektedir. Yani daha fazla Mg'a ihtiyaç duyulmaktadır. Bu da alařımın α fazının, denge bileşimi olan ađırlıkça %9 Al'dan daha fazla Al içermesine neden olmaktadır. Alüminyum Mg içerisindeki maksimum çözünürlüđüne (ađırlıkça %12.9) ötektik sıcaklık olan 437 °C'de ulaşmaktadır. Isıtma sırasında bu sıcaklıđa çıkıldığında Mg₁₇Al₁₂ bileşikleri ile komşu olan α fazının Al içeriđi %12.9'dan fazla

olduđundan bileşim tek fazlı α Mg yerine $\alpha + \text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ bölgesine kaymaktadır. Bu da ötektik faz dönüşümüne yakalanmak anlamına gelir. Sonuç olarak gerek 500 gerekse 450 °C’de kompozisyon kayması nedeni ile $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ bileşikleri ile komşu olan α fazının bulunduğu yerel bölgeler katı α fazı yerine $\alpha +$ sıvı faz bölgesinde yer almaktadırlar. İyi bir sinterlemenin yapılabilmesi için sıcaklık en önemli faktörlerden birisidir ve sinterlenme davranışı sıcaklığa üstel olarak bağlıdır. Sinterleme sıcaklığındaki küçük miktarlardaki artışlar dahi sinterlemeyi ciddi ölçüde iyileştirmekte ve süresini kısaltmaktadır. Bu nedenle sıcak presleme sıcaklığı ötektik sıcaklık olan 437 °C’ye yakın bir sıcaklık seçilmiş ve 420 °C olarak optimize edilmiştir.



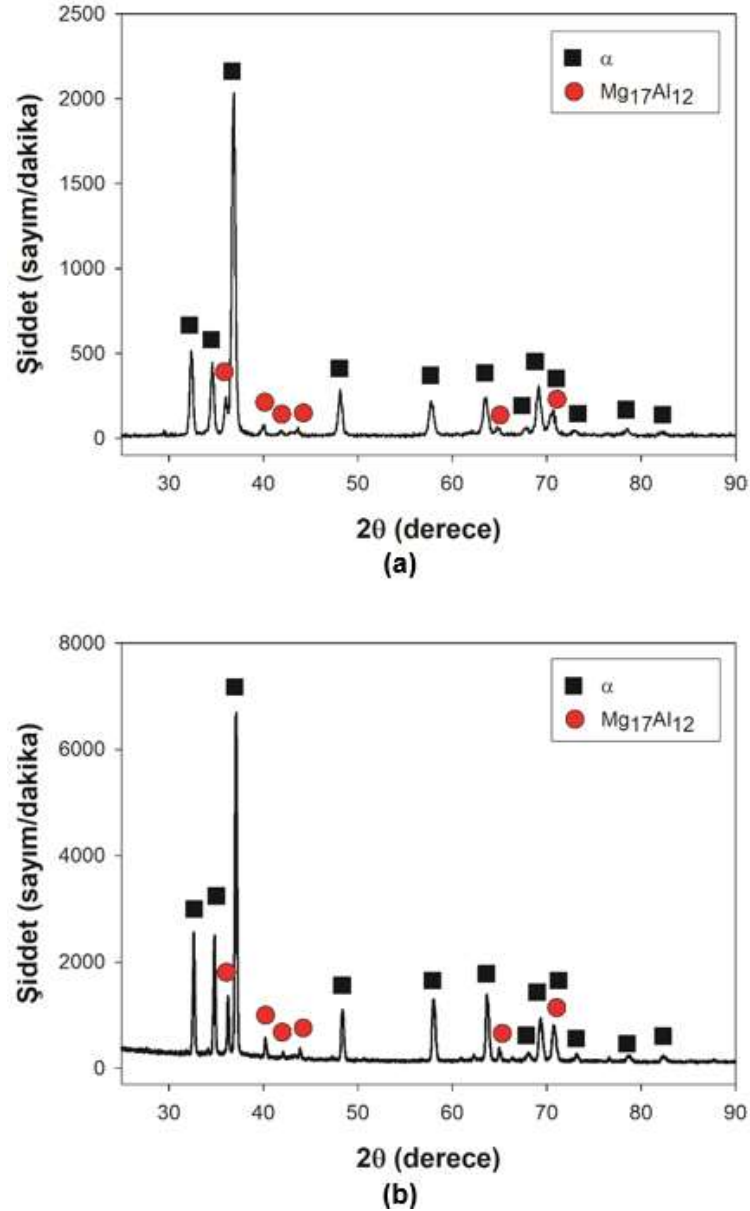
Şekil 2. AZ91D alaşımının 450 °C sıcaklıkta 1 saat süre ile sıcak preslenmesinden sonra cihazdan alınan grafit kalıp takımı ve sıvı faz oluşumu



Şekil 3. Al-Mg ikili faz diyagramı [20]

Arşimet yöntemiyle ölçülen AZ91D alaşımının ortalama yoğunluğu sođutma sırasında yük uygulanması durumunda 1.811, uygulanmaması durumunda ise 1.812 g/cm³ olarak bulunmuştur. Bu değerler alaşımın teorik yoğunluğu olan 1.81 g/cm³ değeri ile çok benzer olup, 420 °C’de 1 saatlik sıcak presleme süresinin tam yoğunluđa ulaşmak için yeterli olduğunu göstermektedir. AZ91D alaşım numunelerinin içyapılarında bulunan fazlar Şekil 4’de verilen XRD desenleri yardımıyla belirlenmiştir.

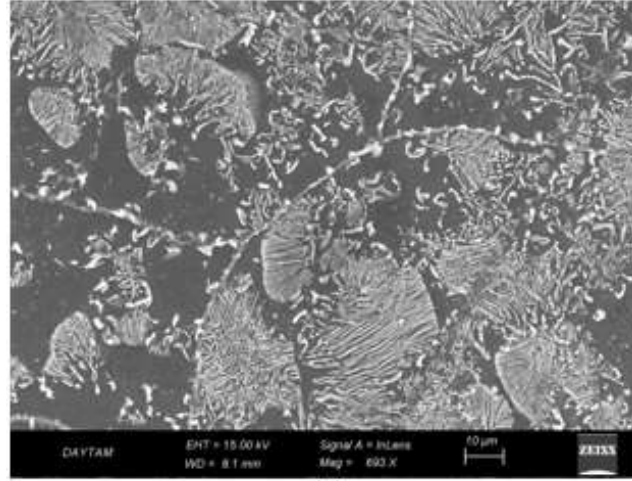
XRD desenleri başlangıç tozlarınınki ile birebir örtüşmektedir. Üretilen AZ91D alaşımlarının α fazı ve $Mg_{17}Al_{12}$ metaller arası bileşiğinden oluştuđu tespit edilmiştir. Üretilen bütün numunelerde oksit, karbür ve istenmeyen kırılğan fazlara rastlanılmamıştır. Grafit kalıplardan karbon difüzyonu sadece numune üzerinde görülmüş numune iç kısımlarında herhangi bir karbon ve karbür oluşumuna rastlanılmamıştır. Yüzeyde oluşan karbon tabakası zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra arındırılmış ve temiz yüzeyler elde edilmiştir. AZ91D alaşım tozlarının atmosfere açık ortamlarda bulunması sakıncalı bir durum teşkil eder. Atmosferde bulunan oksijen, karbon ve azot gibi elementler ile reaksiyona girerek oksit, karbür ve karbonitrür gibi ince yapılı tabakalar oluşturabilir. Bu yüzden tozlar yüksek saflıktaki Ar gazı ile doldurulmuş eldivenli kabin içerisinde muhafaza edilmiştir. Böylelikle, sıcak presleme yönteminin uygun şartlar sağlandığında AZ91 alaşımının yanı sıra saf Mg ve diđer Mg alaşımlarının imalatında rahatlıkla kullanılabileceđi sonucuna ulaşılmıştır.



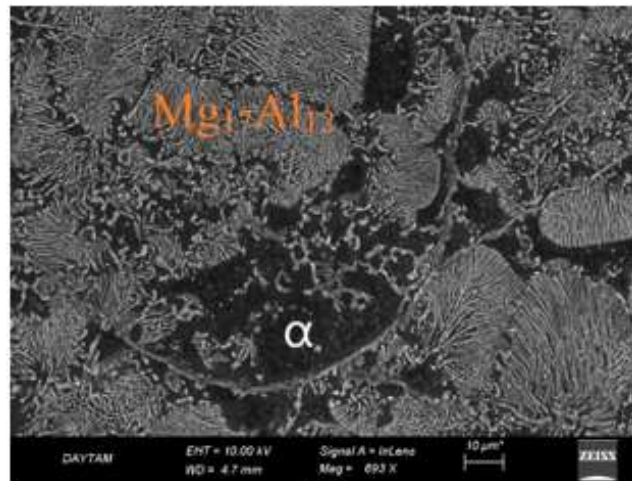
Şekil 4. 420 °C’de 1 saat süre ile sıcak preslenen AZ91D alaşımlarının XRD kırınım deseni, a) sođuma sırasında 50 MPa basınç uygulanmış, b) sođuma sırasında basınç uygulanmamış

Şekil 5’de AZ91D numunelerine ait SEM görüntüleri görülmektedir. Sođuma sırasında yük uygulanmış ve uygulanmamış olan alaşımların mikro yapılarının benzer olduđu görülmüştür. Mikro yapı içerisinde α matris fazına ek olarak süreksiz $Mg_{17}Al_{12}$ çökelti fazlarının hem tane sınırları üzerinde

hem de tane iç kısımlarında oluştuđu görülmüştür. Matris ve çökelti fazlarının kimyasal bileşimleri EDS analizleri ile belirlenmiştir. α fazının ağırlıkça ortalama %7 Al %93 Mg içerdiği bulgusuna ulaşılmıştır. Bu sonuç, alaşımın ortalama Al içeriđi olan %8.93 ile uyumludur. Zira çökelti fazlarının oluşması ile α fazı içerisindeki Al miktarı azalacaktır. $Mg_{17}Al_{12}$ intermetalik stokiometrik olarak 17 Mg atomuna karşı 12 Al atomundan oluşmaktadır. Bu durumda, atomik olarak %41.4 Al ve %58.6 Mg içermesi gerekir. EDS analizi sonucu bu oranlar sırasıyla %38 ve %62 olarak bulunmuştur. Bunun nedeni EDS analizinde kullanılan X ışınlarının yüzeyden birkaç μm derinliğe kadar nüfus etmesidir. β çökeltilerinin kalınlığının da 1-2 μm olması nedeniyle hemen altında bulunan α fazına da X ışınları ulaşmış bu da β fazının Mg içeriđinin olması gereken değerden daha fazla, Al içeriđinin ise olması gerekenden daha az olmasına yol açmıştır. Ayrıca β çökeltilerinin hemen yanında bulunan α fazından da detektöre sinyaller ulaşabileceđi dikkate alınmalıdır. Her iki fazda da eser miktarda (ağırlıkça %0.3'den daha az) Zn'ye de rastlanılmıştır. Sođutma sırasında yük uygulanmayan numunede daha fazla çökeltinin oluştuđu gözlenmiştir. Bu durum XRD desenlerinde sođutma sırasında yük uygulanmayan numunelerdeki β fazı piklerinin şiddetindeki artma ile de teyit edilebilir. Bundan basıncın çökeltilerin büyümesini yavaşlattığı sonucu çıkarılabilir. SEM görüntüleri XRD ve yoğunluk sonuçlarını desteklemektedir. AZ91D alaşım numunelerinde herhangi bir gözenek ve XRD'den belirlenen fazlardan başka fazların olmadığı görülmüştür.



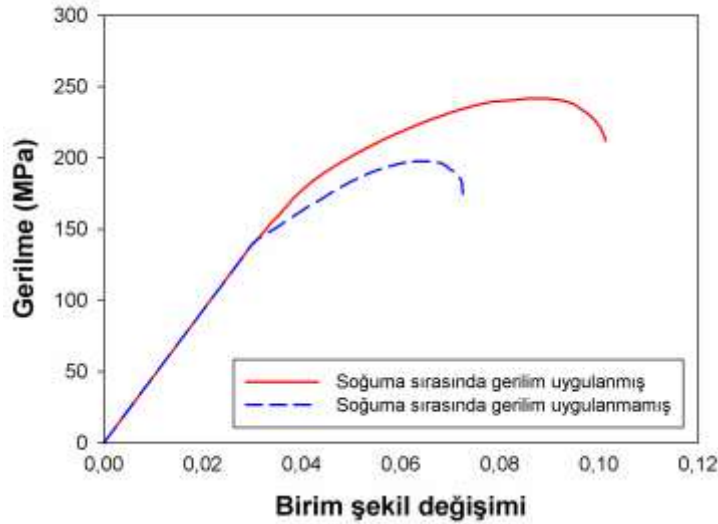
(a)



(b)

Şekil 5. 420 °C'de 1 saat süre ile sıcak preslenen AZ91D alaşımlarının SEM görüntüsü, a) sođuma sırasında 50 MPa basınç uygulanmış, b) sođuma sırasında basınç uygulanmamış. Her iki görüntü de presleme yönüne paralel olan yüzeylerden alınmıştır.

Oda sıcaklığında basma testlerine tabi tutulmuş AZ91D alaşımı numunelerinin gerilme-birim şekil değışimi eğrileri Şekil 6'da verilmiştir. Grafikte de görüldüğü gibi sođuma sırasında gerilim uygulanan numune daha iyi mekanik özellikler (yüksek akma ve basma dayanımı ve yüksek süneklik) sergilemiştir. Bu grafiklerden elde edilen mekanik özellikler Tablo 1'de toplu olarak verilmiştir. Sođutma sırasında gerilim uygulanan numunenin akma mukavemeti 183 MPa olarak ölçülürken, gerilim uygulanmaması durumunda bu değeri 147 MPa olarak belirlenmiştir. Aynı şekilde basma mukavemeti de 241 MPa'dan 197 MPa'ya, sünekliğin bir ölçüsü olan kırılmadaki birim şekil değışimi ise %10'lardan %7'lere düşmüştür. Sođuma sırasında gerilim uygulanmayan AZ91D alaşımının mekanik özelliklerinin düşük olmasının sebebi şu şekilde açıklanabilir. Gerek XRD desenleri gerekse SEM görüntülerinden görüldüğü üzere sođutma sırasında gerilim uygulanmayan numune daha fazla β fazı içermektedir. Sođutma aşamasında gerilimin uygulanmaması β fazının büyümesini olumlu yönde etkilemiştir. Oldukça sert ve kırılğan olan bu metaller arası bileşimin [8, 9] mikroyapıda çok fazla miktarda bulunması alaşımı gevrek hale getirmiştir. Bu da düşük dayanım ve süneklik göstermesine neden olmuştur. Diğer yandan numuneler 1 saatlik sıcak presleme işlemi sonrasında buldukları sıcaklıktan 150 °C'ye kadar sıcak presin haznesi içinde sođutulduktan sonra alınmaktadırlar. Bu sođuma işlemi 420 °C için 3 saat civarındadır. Bu esnada numuneler hala sıcaklığa maruz kaldıkları için sinterlenmeye devam etmektedirler. Bu esnada uygulanan basınç tozlar arasında oluşan tane sınırlarının daha güçlü olmasına neden olmaktadır. Çünkü basınç, hem plastik akmaya hem de difüzyon mesafelerinin azalmasına yardım ettiği için daha iyi bir sinterlenme ve buna bađlı olarak toz partikülleri arasında daha güçlü tane sınırlarının oluşmasına olanak sağlamaktadır.



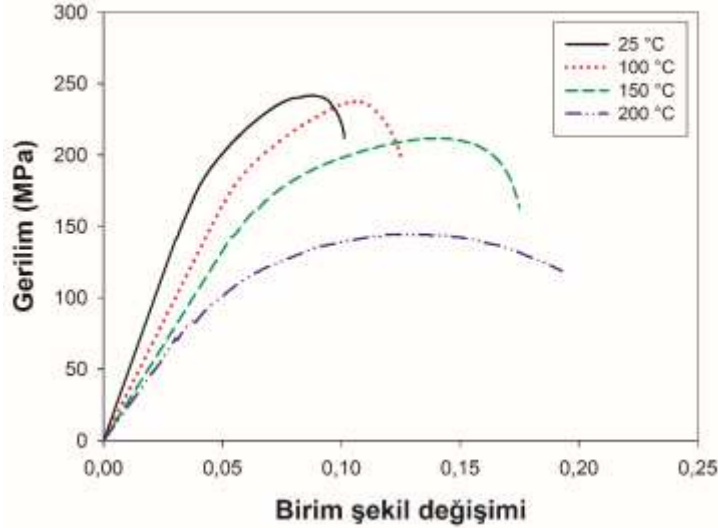
Şekil 6. AZ91D alaşımının oda sıcaklığında yapılan basma testlerinden elde edilen gerilim-birim şekil değışimi eğrileri

Tablo 1. Üretilen numunelerin oda sıcaklığında yapılan basma testlerinin sonuçları

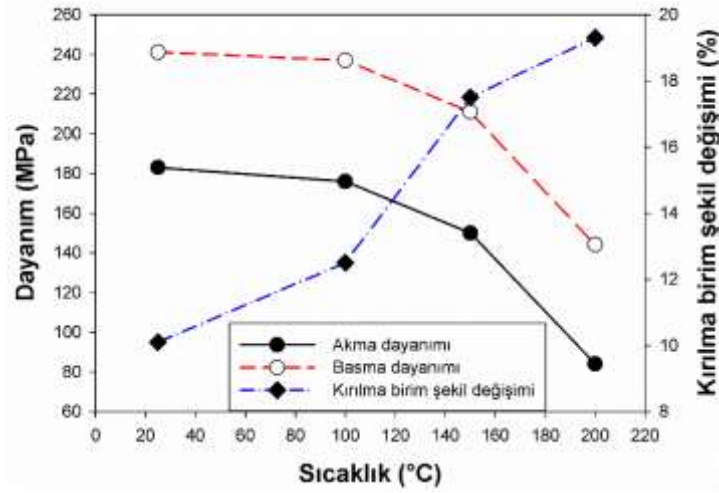
Numune	Akma mukavemeti (MPa)	Basma mukavemeti (MPa)	Kırılma birim şekil değışimi (%)
AZ91D, sođuma sırasında gerilim uygulanmış	183	241	10.1
AZ91D, sođuma sırasında gerilim uygulanmamış	147	197	7.2

Oda sıcaklığı testleri sonucunda en iyi mekanik özellikleri sođutma sırasında gerilim uygulanmayan AZ91D numuneleri sergilediği için yüksek sıcaklık deneyleri sadece bu grup için yapılmıştır. Şekil 7a'da verilen 25 °C, 100 °C, 150 °C ve 200 °C sıcaklıklarında yapılan basma testlerinden elde edilen gerilme-birim şekil değışimi eğrilerinden görülebileceği üzere artan sıcaklıklar ile gerilme değerlerinde azalma olurken, birim şekil değışiminde ise yükselmeler gözlenmiştir. Numunelere yükün uygulanması ile önce elastik deformasyon gözlenmiş ve akma gerilimine ulaşıldığında ise plastik deformasyon başlamıştır. Artan gerilme ile orantılı olarak dislokasyon

yođunluđu artmış ve oda sıcaklığında yapılan testlerde numunelerde belirli oranda sertleşmeler (pekleşme) gözlenmiştir. Sonrasında yükün uygulanmaya devam edilmesiyle maksimum gerilme değeri yani basma mukavemetine ulaşılmıştır. Basma gerilimine ulaşan numunelerde mikro çatlak oluşumu başlamasıyla gerilim değerlerinde azalma gözlenmiş sonrasında bu çatlakların büyümesi ile numuneler daha fazla yükü taşıyamadıkları için kırılmışlardır. Yüksek sıcaklıkta yapılan testlerde ise pekleşme azalmış, bu nedenle de mukavemet düşerken, süneklikte artış gözlenmiştir.



(a)



(b)

Şekil 7. Sođuma sırasında gerilim uygulanmayan AZ91D alaşımının a) farklı sıcaklıklardaki gerilme-birim şekil değışimi eğrileri, b) akma dayanımı, basma dayanımı ve kırılma birim şekil değışiminin sıcaklıkla olan ilişkisi

AZ91D numunesinin akma dayanımında test sıcaklığının artışı ile 100 °C'ye kadar önemli bir düşüş yaşanmazken (183'den 176 MPa'a düşmüş) sıcaklığın daha da artırılmasıyla akma dayanımındaki düşüşler daha da fazla olmuştur, Şekil 7b. 150 ve 200 °C'de akma mukavemeti sırasıyla 150 ve 84 MPa olarak ölçülmüştür. 25 ve 100 °C sıcaklığındaki basma mukavemetleri (sırasıyla 241 ve 237 MPa) birbirine çok yakinken 150 ve 200 °C'deki basma mukavemetleri (sırasıyla 211 ve 144 MPa) arasındaki fark önemli ölçüde artmıştır. Oda sıcaklığı ile en yüksek test sıcaklığında ölçülen akma mukavemeti değerleri arasında 2 kattan fazla bir değışim vardır. Basma mukavemetlerinde de benzer bir eğilim görülmüştür. 241 MPa olan oda sıcaklığındaki basma dayanımı 200 °C'de 144 MPa'a kadar azalmıştır. Kırılma birim şekil değışimleri ise test sıcaklığının 25 °C'den 100, 150 ve 200 °C'ye artırılmasıyla %10.1'den sırasıyla %12.5, %17.5 ve %19.3 değerlerine yükselmiştir. Şekil 7b dikkatle incelendiğinde dayanım değerlerinin 100 °C'den daha yüksek sıcaklıklarda hızla azaldığı, kırılma birim şekil

deđişiminin ise 100 °C'den sonra büyük artışlar gösterdiği gözlemlenmektedir. Oda sıcaklığında sert ve kırılğan olan β çökeltilerinin 110-120 °C'de yumuşamaya başlaması [8, 9] bu durumu açıklamaktadır.

Basıncılı döküm yöntemi ile üretilen AZ91D alaşımının oda sıcaklığı akma mukavemeti çekme testinde 160, basma testinde 148 MPa olarak belirlenmişken [9] mevcut çalışmada sıcak presleme yöntemi ile üretilen AZ91D alaşımının akma mukavemeti (basma testi) 183 MPa olarak ölçülmüştür. Basıncılı döküm yöntemi ile üretilen AZ91D alaşımları bir miktar gözenek içerdiklerinden ısıl işlem yapılmadan kullanılırlar. Mevcut çalışmada ise gözenek içermeyen AZ91D alaşımlarında sıcak presleme sonrasında soğuma sırasında β çökeltileri oluşmuştur. Bu yüzden dayanım değerleri daha yüksek çıkmıştır. Basıncılı döküm yöntemi ile üretilen AZ91 alaşımlarının sünekliği %7 [9] iken sıcak presleme ile üretilen alaşımın sünekliği (%10.1) nerdeyse %50 daha fazladır. Döküm yönteminde β fazı yalnızca tane sınırları üzerinde oluşurken, sıcak presleme ile üretilen alaşımlarda hem tane sınırları hem de tane içlerinde oluşmuştur. Yani döküm yöntemine göre çok daha homojen bir dağılım sağlanmıştır. Yalnızca tane sınırları ve civarında oluşan β fazı tane sınırlarını gevreklettiği için dökümde daha düşük süneklik değeri elde edilmiştir. Genelde 24 saat süre ile 400 °C civarında yapılan çözeltiye alma (T4) ve akabinde uygulanan yaşlandırma ısıl işlemi (T6: 200 °C civarında 16 saat) [9] sonucunda benzer miktarda β çökeltilerinin oluşacağı düşünülürse, sıcak presleme işlemi sonrasında ayrıca bu ısıl işlemlerin yapılmasına gerek olmadığı kanaatine varılabilir.

4. Sonuç ve Öneriler

Bu çalışmada sıcak presleme yöntemi kullanılarak AZ91D alaşımı başarıyla üretilmiştir. 50 MPa basınç altında 1 saat süre ile yapılan sıcak presleme işleminde proses sıcaklığı 420 °C olarak optimize edilmiştir. Çalışma sonucunda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1. Tamamen katı halde sinterleme yapabilmek için uygulanabilecek maksimum sıcaklığın ötektik sıcaklıktan (437 °C) daha düşük olması gerektiği sonucuna varılmıştır.
2. Optimum sıcaklıkta üretilen AZ91D alaşımlarının tam yoğunluğa ulaştığı ve gözeneksiz bir mikroyapı elde edildiği görülmüştür. Üretilen numunelerde α ve $Mg_{17}Al_{12}$ fazlarının oluştuğu tespit edilmiştir. Başlangıç tozlarında bulunan fazlar dışında herhangi bir fazın (oksit, karbür vb.) oluşmadığı gözlenmiştir.
3. AZ91D alaşımında döküm yöntemlerinin aksine $Mg_{17}Al_{12}$ çökelti fazlarının hem tane sınırında hem de tane içinde oluştuğu belirlenmiştir.
4. Soğuma sırasında AZ91D alaşımına yük uygulanmasının β fazının büyümesini yavaşlattığı ortaya konulmuştur.
5. Literatür taramalarına göre bu çalışma ilk olma özelliği taşımaktadır. Sıcak presleme ile üretilen AZ91D alaşımları bütün döküm yöntemlerinden daha iyi mekanik özellikler (akma dayanımı, basma dayanımı ve süneklik) sergilemiştir.
6. Yapılan basma testlerinde, test sıcaklığı arttıkça akma mukavemeti, basma mukavemeti değerlerinde azalma görülürken, süneklik değerinde ise artış görülmüştür.
7. Sıcak presleme işlemi ile üretilen AZ91D alaşımlarında, soğuma esnasında eşzamanlı olarak yaşlandırma ısıl işlemi uygulandığı için, çok uzun süren ve fazla miktarda enerji gerektiren T4 ve T6 ısıl işlemlerinin uygulanmasına gerek olmadığı sonucuna varılmıştır.

Teşekkür

Bu çalışmaya sağladığı maddi desteklerden dolayı Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK, Proje No: 215M808) ile Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne (Proje No: 2015-FBE/YL275) teşekkürlerimizi sunarız.

Yazarların Katkısı

Makalede yazarların katkısı eşit orandadır.

Çıkar Çatışması Beyanı

Yazarlar arasında herhangi bir çıkar çatışması bulunmamaktadır.

Etik Kurallar

Yapılan çalışmada, araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

Kaynaklar

- [1] Friedrich H., Schumann S. 2001. Research for a “New Age of Magnesium” in the Automotive Industry. *Journal of Materials Processing Technology*, 117 (3): 276-281.
- [2] Mordike B.L., Ebert T. 2001. Magnesium: Properties-Applications-Potential. *Materials Science and Engineering A*, 302 (1): 37-45.
- [3] Froes F.H., Eliezer D., Aghion E. 2006. Magnesium Aerospace. in: *Magnesium Technology*, Edited by Friedrich H.E., Mordike B.L., Springer-Verlag Berlin, Germany, 603-620.
- [4] Eliezer D., Aghion E., Froes F.S. 1998. Magnesium Science, Technology and Applications. *Advanced Performance Materials*, 5 (3): 201-212.
- [5] Joost W.J., Krajewski P.E. 2017. Towards Magnesium Alloys for High-Volume Automotive Applications. *Scripta Materialia*, 128 (1): 107- 112.
- [6] Bamberger M., Dehm G. 2008. Trends in the Development of New Mg Alloys. *Annual Review of Materials Research*, 38 (1): 505-533.
- [7] Luo A., Pekguleryuz M.O. 1994. Cast Magnesium Alloys for Elevated Temperature Applications. *Journal of Materials Science*, 29 (20): 5259-5271.
- [8] Mordike B.L., Lukac P. 2006. Physical Metallurgy. in: *Magnesium Technology*, Edited by Friedrich H.E., Mordike B.L., Springer-Verlag Berlin, Germany, 63-107.
- [9] Westengen H., Aune T.K. 2006. Magnesium Casting Alloys. in: *Magnesium Technology*, Edited by Friedrich H.E., Mordike B.L., Springer-Verlag Berlin, Germany, 145-204.
- [10] Zhang Z., Yu H., Chen G., Yu H., Xu C. 2011. Correlation between Microstructure and Tensile Properties in Powder Metallurgy AZ91 Alloys. *Materials Letters*, 65 (17-18): 2686-2689.
- [11] Li Y., Chen Y., Cui H., Xiong B., Zhang J. 2009. Microstructure and Mechanical Properties of Spray-Formed AZ91 Magnesium Alloy. *Materials Characterization*, 60 (3): 240-245.
- [12] Mondet M., Barraud E., Lemonnier S., Guyon J., Allain N., Grosdidier T. 2016. Microstructure and Mechanical Properties of AZ91 Magnesium Alloy Developed by Spark Plasma Sintering. *Acta Materialia*, 119 (1): 55-67.
- [13] Straffelini G., Nogueira A.P., Mutterle P., Menapace C. 2011. Spark Plasma Sintering and Hot Compression Behaviour of AZ91 Mg Alloy. *Materials Science and Technology*, 27 (10): 1582-1587.
- [14] Yuan Q., Zeng X., Liu Y., Luo L., Wu J., Wang Y., Zhou G. 2016. Microstructure and Mechanical Properties of AZ91 Alloy Reinforced by Carbon Nanotubes Coated with MgO. *Carbon*, 96 (1): 843-855.
- [15] Yuan Q., Zhou G., Liao L., Liu Y., Luo L. 2018. Interfacial Structure in AZ91 Alloy Composites Reinforced by Graphene Nanosheets. *Carbon*, 127 (1): 177-186.
- [16] Watanabe H., Sugioka M., Fukusumi M., Ishikawa K., Suzuki M., Shimizu T. 2006. Mechanical and Damping Properties of Fullerene-Dispersed AZ91 Magnesium Alloy Composites Processed by a Powder Metallurgy Route. *Materials Transactions*, 47 (4): 999-1007.
- [17] Olszowka-Myalska A., Myalski J., Botor-Probiez A. 2010. Microstructural Characteristics of an AZ91 Matrix-Glassy Carbon Particle Composite. *Advanced Engineering Materials*, 12 (7): 609-616.
- [18] Kelen F., Gavgali M., Aydogmus T. 2018. Microstructure and Mechanical Properties of a Novel TiNi Particulate Reinforced AZ91 Metal Matrix Composite. *Materials Letters*, 233 (1): 12-15.
- [19] Taleghani M.A.J. 2014. Processing and Properties of High Performance 7075 Al and AZ91 Mg Powder Metallurgy Alloys. Doctoral Thesis, Universidad Carlos III de Madrid, The IMDEA Materials Institute, 11-12s, Madrid.
- [20] Murray J.L. 1988. Phase Diagrams of Binary Magnesium Alloys. ASM International, 17s. Ohio.