

Al-Cu Esaslı Tozlardan Toz Metalurjisi Yöntemi ile Malzeme Üretimi ve Yaşlandırma Tavrının İncelenmesi

Mehmet ÇELİK *, Mehmet TÜRKER **

* Etimesgut Özkan Erdek Mesleki Eğitim Merkezi, Şaşmaz /ANKARA

** Gazi üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi Bölümü,
06500 Teknikokullar, ANKARA

ÖZET

Bu çalışmada, ECKA 123 (Al-4,5 Cu-0,5 Mg-0,7 Si-1,5 yağlayıcı) olarak bilinen karışım tozlardan numune üretimi gerçekleştirilerek üretilen numunelerin mekanik, mikroyapı ve yaşlanma özellikleri belirlendi. Tozlar 250, 400, 550 MPa basınçla preslendi ve azot gazı ortamında 600°C'de 60 dakika süreyle sinterlendi. Numunelerin ham ve sinterlenmiş yoğunlukları ile sertlikleri belirlendi. Uygun numunelerin üretimi için 400 MPa basınç, 600°C sinterleme sıcaklığı ve 40 dakika sinterleme süresi tespit edildi. Sinterlenmiş numuneler sertlik ve çapraz kırılma deneylerine tabi tutuldu. Üretilen bir seri alaşım 500°C'de çözeltiye alma ısıl işlemi ve suda soğutmadan sonra 15, 20, 25 saat sürelerle 160°C'de suni yaşlandırma işlemine tabi tutuldu. Diğer bir seri numuneye 470°C'de çözeltiye alma ve suda soğutma işlemlerinden sonra 15, 25, 40 saat süreyle 130°C'de suni yaşlandırma işlemi yapıldı. Farklı süre ve sıcaklıklarda yaşlandırılan malzemelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri belirlendi. En iyi mekanik özellikler 500°C'de çözeltiye alınıp 160°C'de 25 saat suni yaşlandırma yapılan numunede elde edildi.

Anahtar Kelimeler : Al-Cu alaşımları, Toz metalurjisi, Mikroyapı, Yaşlandırma, Mekanik özellikler

Production of Parts From Al-Cu Powders by Powder Metallurgy Techniques and Investigation of Their Ageing Behaviour

ABSTRACT

In this study, samples were produced by powder metallurgy techniques from pre-mixed Al powders known ECKA 123 (Al-4,5 Cu-0,5 Mg-0,7-1,5 lubricant) and, mechanical, microstructural and ageing behaviours of them were examined. Powders were pressed at 250, 400, 550 MPa pressures to obtain blanks which were sintered in nitrogen gas for up to 60 minutes at 600°C. Green and sintered densities together with hardness of the samples were determined. 400 MPa pressure, 600 sintering temperature and 40 min sintering duration were found to be suitable for the production of these samples. Hardness and transverse rupture tests were carried out on the sintered samples. One batch of the samples were artificially aged at 160°C for 15, 20, 25 hours after solution treatment at 500°C and then cooled to room temperature by water quenching. Another batch of the samples were artificially aged at 130°C for 15, 25, 40 hours after solution treatment at 470°C and cooled to room temperature by water quenching. Microstructural and mechanical properties of the aged samples were determined. Optimum mechanical properties were found on the sample which was solution treated at 500°C and aged at 160°C for 25 hours

Keywords: Al-Cu alloys, powder metallurgy, ageing, mechanical properties, microstructure,

1. GİRİŞ

Hafif metal alaşımları, dayanım ve özgül ağırlık oranlarının iyi olmasından dolayı hafif yapı konstrüksiyonları, otomotiv ve uzay sanayinde tercih edilirler. Demir esaslı malzemeye oranla daha pahalı olmalarına karşın, yalnızca dayanım değil, diğer özellikleri de göz önünde tutulduğunda ekonomik olarak kullanılması mümkündür. Kullanımda göz önünde tutulan diğer bir önemli özelliği de korozyona dayanıklı olmalarıdır (1).

Alüminyum ağırlıkça hafiftir ve alaşımları yapı çeliklerinden daha mukavemetlidir. İyi elektrik ve ısıl iletkenliği ve yüksek ısı ve ışık yansıtmasına sahiptirler.

Pek çok hizmet şartlarında korozyon direnci oldukça iyidir. Alüminyum bu üstün özellikleriyle mühendislik malzemesi olarak büyük önem kazanmıştır. İstenilen özellikleri temin etmek için alüminyum alaşımlarına yaşlandırma ısıl işlemi uygulanır. Bu ısıl işlemin tatbiki ile mukavemet ve sertlik artırılır. Yaşlandırma sertleşmesi, çözelti ısıl işlemine alınmış ve daha sonra hızlı soğutulmuş alaşımı belli bir sıcaklığa kadar tavlayarak hızlandırılabilir. Tavlama ile yapılan yaşlandırma "suni yaşlandırma" oda sıcaklığında kendiliğinden çok daha uzun sürede oluşan yaşlandırma ise "doğal yaşlandırma" olarak bilinir. Her iki olayda metal biliminde çökeltme sertleşmesinin özel biçimidir (2).

Alüminyum alaşımları döküm ve toz metalurjisi yöntemi ile üretilmektedirler. Toz metalurjisi (T/M) yeni bilinen bir işlem olmamasına rağmen ancak 20. yüzyılın başlarında endüstriyel bir işlem olarak kullanılmaya başlanmıştır. Başlangıçtan günümüze T/M yöntemi çok değişik alanlarda genişleyerek kullanılmaktadır. Bunlara örnek olarak; takım çelikleri, paslanmaz çelikler, süper alaşımlar, alüminyum ve titanyum alaşımları, bakır ve bakır alaşımları, nükleer malzemeler ve sermetler verilebilir (3). Ayrıca T/M yöntemiyle üretilen parçaların mekanik özellikleri, dökme demir ve hadde demirin özelliklerine eşit hatta bazen daha da iyidir.

Bu çalışmada ECKA 123 (Al-4,5Cu-0,5Mg-0,7Si-%1,5 yağlayıcı) olarak bilinen ön-karışimli tozlardan T/M yöntemi ile farklı basınç, sinterleme sıcaklığı, sinterleme sürelerinde numuneler üretilmiş ve üretilen blok numunelere suni yaşlandırma işlemi uygulanarak metalurjik ve mekanik özellikleri belirlenmiştir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

2.1. Malzeme Üretimi

Bu çalışmada kimyasal bileşimi Çizelge 1’de verilen Eckart Granulers (Almanya) tarafından üretilen Ecka Alumix123 olarak bilinen ön-karışimli Al esaslı tozlar kullanıldı. Tozlar, % 0,1 g hassasiyetindeki terazide tartıldı. Daha sonra çinko sterat tatbik edilmiş kaplıta tek yönlü sıkıştırma ile (20 ton çekme basma kapasiteli Mohr+Federhaff+Losenhuasen marka çekme basma cihazında) 250, 400 ve 550 MPa basınçlarda soğuk olarak preslenerek Ø 10x10 mm ebadında 9 adet numune üretildi. Üretilen numuneler, uygun sinterleme sıcaklığı ve sürelerinin tespiti için SFL marka maksimum 1600°C’ kapasiteli atmosfer kontrollü tüp fırında 600°C’de ($\pm 3^\circ\text{C}$) 20, 40, ve 60 dakika süreyle azot ortamında sinterleme işlemlerine tabi tutuldu. Sinterlenmiş deney numuneleri 180-1200 mesh’lik SiC zımpara ile zımparalandıktan sonra 3 m’lik elmas pasta ile parlatıldı ve Keller dağılayıcısı ile [2ml HF (48 %), 3 ml HCl, 20 ml HNO₃, 175 ml H₂O] 10-50 sn süre ile dağılandı. Optik incelemeler için Prior marka optik mikroskop kullanıldı. Blok numune sertlikleri Instron Wolpert marka sertlik ölçüm cihazında 1 kg yük uygulanarak belirlendi. Elde edilen numunelerin çapraz kırılma deneyi ile kırılma mukavemetleri ölçüldü.

Çizelge 1. Deneyde kullanılan malzemenin kimyasal bileşimi (% ağırlık)

Alaşım	Cu	Mg	Si	Al	Yağlayıcı
AlCuSiMg	4,5	0,5	0,7	92,8	1,5

2.2. Yaşlandırma İşlemi

Yaşlandırma numunesi için 400 MPa presleme basıncı, 600°C sinterleme sıcaklığı, 40 dakika sinterleme süresi ve azot gaz ortamı tespit edildi. 31,7x12,7x6,35 mm ebatlarında 4 adet çapraz kırılma deney numunesi TS 4231’e göre (4), suni yaşlandırma I ve suni yaşlandırma II işlemleri için ise 6’şar adet Ø

10x10 mm ebadındaki numuneler yukarıda belirtilen şartlarda hazırlandı.

Yaşlandırma ısıl işlemi, 1600 °C’ye çıkabilen atmosfer kontrollü tüp fırında azot ortamında yapıldı. İki farklı sıcaklıkta suni yaşlandırma işlemi gerçekleştirildi. “Suni yaşlandırma I” olarak adlandırılan işlemde numuneler 500°C’de çözeltiye alma ısıl işlemi ve suda soğutmadan sonra 160°C’de 15, 20, 25 saat sürelerle yaşlandırıldı. “Suni yaşlandırma II” işleminde ise numuneler 470°C’de çözeltiye alma ve suda soğutma işlemlerinden sonra 130°C’de 15, 25, 40 saat süreyle suni yaşlandırma işlemine tabi tutuldu. Çökeltilerin oluşumu, sertlik ve mukavemetini artışı değişimine bağlı olarak, sertlik ve çapraz kırılma deneyleri yardımı ile belirlendi.

3. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

3.1. Sinterleme Öncesi ve Sonrası Numunelerin Yoğunlukları

Sinterleme öncesi ve sonrası elde edilen yoğunluklar Çizelge 2’de gösterilmiştir. Sinterleme öncesi yoğunluklar incelendiğinde, presleme basıncı arttıkça malzemenin ham yoğunluğu 400 MPa’ya kadar yükseldiği ve daha sonra sabit kaldığı görülmektedir. Bilindiği gibi toz metal malzemelere uygulanan basınç ile yoğunlukta bir artış görülmekte, belli bir değerden sonra yoğunluk sabit kalmakta ve daha yüksek basınç değerlerinde ise tozların yoğunluklarında azalma görülmektedir (5). Bu azalma, tozların geri yaylanması veya katmanlı olarak ayrışmasından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 2. Sinterleme öncesi ve sonrası malzemelerin yoğunlukları.

Parça no	Presleme basıncı (MPa)	Ham yoğunluk (%)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Sinterleme süresi (dakika)	Sinterlenme sonrası yoğunluk (%)
1	250	87	600	20	94
2		88	600	40	94
3		87	600	60	94
4	400	89	600	20	96
5		89	600	40	96
6		89	600	60	96
7	550	90	600	20	97
8		89	600	40	97
9		89	600	60	97

Basınç artışıyla birlikte malzeme içerisindeki gözenek miktarı azalmakta veya gözenekler kapanmaktadır (3). Ancak sinterleme öncesi gözeneksiz malzeme üretmek mümkün olmamaktadır.

Sinterlenmiş numuneler incelendiğinde, sinterleme ile yoğunluğun arttığı gözlenmiştir. Ancak sinterleme süresinin yoğunluğa ciddi bir etkisi görülmemiştir. Yapılan bir seri deney sonrası yaşlandırma bu malzeme için en uygun üretim parametreleri: 400 MPa presleme basıncı, 600 °C sinterleme sıcaklığı, 40 dakika sinterleme süresi, azot gazı ortamı olarak belirlenmiştir.

3.2. Sinterleme Sonrası Sertlik Değerleri

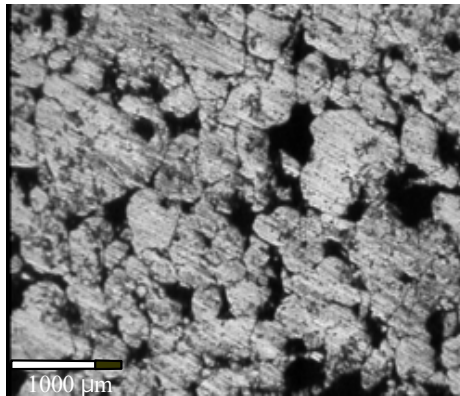
Sinterleme sonrası sertlik sonuçları Çizelge 3'de verilmiştir. Çizelge incelendiğinde genel olarak presleme basıncı ve sinterleme süresi ile sertliklerde artış görülmektedir. Bu durum, presleme basıncı ve sinterleme süresinin artışı ile gözenekliliğin azalmasından kaynaklanmaktadır (3). Ancak bu artış çok önemli ölçüde olmamaktadır. Yüksek presleme basıncından dolayı ham yoğunlukların yüksek oluşu, sinterleme etkisinin azalmasına sebep olmuştur.

Çizelge 3. Sinterlenen numunelere ait sertlik sonuçları

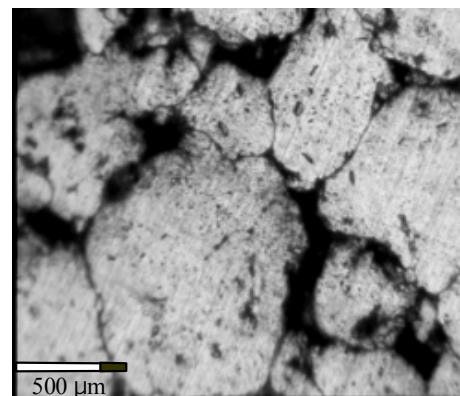
Numune no	Presleme basıncı (MPa)	Sinterleme sıcaklığı (°C)	Sinterleme süresi (dakika)	Sertlik (HV)	Sertlik ort. (HV)
1	250	600	20	36,4	38,1
2			40	37,8	
3			60	40,0	
4	400	600	20	39,5	41,4
5			40	42,3	
6			60	42,5	
7	550	600	20	43,1	44,5
8			40	44,2	
9			60	46,2	

3.3.1. Yaşlandırmanın mikroyapıya etkisi

Yapılan iki farklı yaşlandırma işlemi sonrası genel olarak numunelerde mikroyapısal bir değişiklik olmadığı tespit edilmiştir. Aslında yaşlandırma işlemi ile



(a)



(b)

Şekil 1. 470 °C'de 60 dakika çözeltiye alma, suda soğutma ve 130 °C'de 25 saat yaşlandırma ile elde edilen numunenin mikroyapısı.

yapıda küçük çökeltiler oluşmuş fakat bunları optik mikroskop ile tespit etmek mümkün olmamıştır. Yaşlandırma ısı işlem süresinin artması ile bu çökelti boyutlarının artacağı bir gerçektir. Ancak optik mikroskopta çekilen mikroyapı fotoğraflarında CuAl₂ çökeltileri görülmemektedir. Sadece artan yaşlandırma süresine bağlı olarak tane boyutunun artırdığı söylenebilir.

3.3.2. Yaşlandırmanın sertlik üzerine etkisi

Yaşlandırma ısı işlemi sonrası numunelerde çökelti oluşup oluşmadığını elektron mikroskobu, XRD veya diğer metotlar ile tespit etme imkanı olmadığı durumlarda en pratik yol, sertlik ölçümüdür. Sertlik ölçümü yapılmak suretiyle numunelerde yaşlandırma tes-

pit edilebilmekte ve hangi aşmada olduğu tahmin edilebilmektedir. Burada iki farklı sıcaklıkta yaşlandırma işlemi yapılmış ve sertlik ilişkileri aşağıda verilmiştir.

Suni yaşlandırma (I)

Suni yaşlandırma (I) işlemi ile elde edilen sertlik değerleri Çizelge 4'de verilmektedir. 500°C'de çözeltiye alma ısı işlemi sonrası suda soğutma ile alüminyumun bakırca aşırı doymuş bir katı ergiyiği oluşturulduktan sonra alaşıma 160 °C'de değişik sürelerde (15, 20 ve 25 saat) yaşlandırma yapılmıştır. Buradaki amaç; alaşım içinde ince ve homojen dağılmış çökeltiler oluşturmaktır. Alaşımdaki ince çökeltiler, dislokasyonların hareketini engellemek suretiyle malzemeye dayanım kazandırmaktadır. Deformasyon sırasında dislokasyonların hareketlerinin sınırlanmış olması, alaşımın dayanımını artırır. Ancak yaşlandırma süresi arttıkça çökelti boyutları büyür. Çökelti sayısının artması ve boyutlarının belli bir büyüklüğe ulaşmasıyla alaşımın dayanımı maksimum seviyeye ulaşır. Büyüme devam ettikçe çökeltiler uyumludan yarı uyumluya geçer ve belli bir büyüklükten sonra dayanımda düşme görülür. Alaşımın dayanımı ve sertliği artarken sünekliliğinde azalma görülür (6).

Bu çalışmada yaşlandırma süresi 15 dakikadan 25 dakikaya çıktığında sertlikte 63 HV'den 67 HV'ye

Çizelge 4. 500°C'de 30 dakika çözündürme işlemi yapılan ve

su verilen numunelerin farklı yaşlandırma ısı işlemi süreleri sonrası sertlik değerleri

İşlem no	Çözündürme Süresi (dakika)	Suni Yaşlandırma sıcaklığı (°C)	Suni yaşlandırma süresi (saat)	Yaşlandırma öncesi sertlik değerleri (HV)	Yaşlandırma sonrası sertlik değerleri (HV)
1	30	160	15	40,63	63,42
2			20	41,55	65,76
3			25	40,83	67,09

çıkılmaktadır. Artış daha önce yapılan çalışmalarla paralellik göstermektedir (7). Ancak 25 saat sonunda ölçülen değerlerin sertliğin tepe noktası olmadığı, daha uzun süreler yaşlandırma yapılması gerektiği sonucu ortaya

çıkıştır. Zira doğal yaşlandırma işleminde daha yüksek sertlik değerleri elde edilebilmektedir.

b) Suni yaşlandırma (II)

Suni yaşlandırma (II) işlemi sonucunda sertlik değerleri Çizelge 5'de toplu olarak verilmiştir. Çözündürme sıcaklığı düşük olduğu için çözündürme süresi 60 dakika olarak alınmıştır. Bu süre sonunda suda soğutarak aşırı doymuş α katı eriyiğini elde ettikten sonra 130°C 'de 15, 25, 40 saat süre sonunda suni yaşlandırma ile çökeltiler oluşmuştur ve bu gruba ait numuneler içinde en yüksek sertlik değeri 15 dakika yaşlandırılan numunede elde edilmiştir. Daha yüksek yaşlandırma süreleri sonunda sertlik değerinde bir düşüş görülmüştür. Bu düşüş muhtemelen uzun yaşlandırma süresinde partiküllerde irileşmeden kaynaklanmaktadır (1,6). Bilindiği gibi sertlik tepesinin geçildiği aşırı yaşlandırma durumunda θ' fazının irileşmeye başlaması ile alaşımın sertliğinde düşme görülmektedir. Bu düşüş, parçacıkların büyümesi ile daha da fazla olmaktadır. Bu nedenle Al esaslı yaşlandırılmış alaşımlarda parçacıkların büyümesine imkan veren yüksek sıcaklıklardan kaçınmak gereklidir.

Çizelge 5. 470°C 'de 60 dakika çözündürme işlemi yapılan ve su verilen numunelere ait yaşlandırma ısıl işlemi sonrası sertlik değerleri

İşlem no	Çözündürme süresi (dakika)	Suni yaşlandırma sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Suni yaşlandırma süresi (saat)	Yaşlandırma öncesi sertlik değerleri (HV)	Yaşlandırma sonrası sertlik değerleri (HV)
1	60	130	15	40,85	56,52
2			25	41,36	44,10
3			40	41,19	42,23

3.3.3. Yaşlandırmanın çapraz kırılmaya etkisi

Sinterleme ve yaşlandırma ısıl işlemleri sonrası çapraz kırılma deneyine tabi tutulan numunelerden elde edilen sonuçlar Çizelge 6'da verilmiştir. Çizelgeden de görüldüğü gibi sinterlenmiş numunelerin ham mukavemet ortalamaları $6,22 \text{ kg/mm}^2$ iken yaşlandırma sonrası $7,89 \text{ kg/mm}^2$ 'ye çıkmıştır. Buradan hareketle yaşlandırma ısıl işleminin numunelerin dayanımlarını artırdığı belirgin biçimde görülmektedir. Çizelge 6'dan hareketle çapraz kırılma dayanımı, sertlik ve ham mukavemet değerleri dikkate alındığında en iyi sonuç, 2 nolu numunede elde edilmiştir. Yaşlandırma yapılan numunelerde elde edilen sertlik değerleri ile çapraz kırılma değerleri arasındaki ilişki incelendiğinde sertliği yüksek numunelerde daha yüksek kırılma dayanımı elde edilirken, sertliği düşük numunelerde daha düşük dayanım elde edilmiştir. Bu durumun oluşan çökeltilerin şekli, boyutu ve dağılımı ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Uygun yaşlandırma işlemi ile elde edilen çökeltilerin numunelerde sertlik ve mukavemet artışı sağladığı tespit edilmiştir.

Çizelge 6. Yaşlandırma ısıl işlemi sonrası çapraz kırılma deneyi sonuçları

Numune No	Yapılan ısıl işlem	Çözündürme sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Çözündürme süresi (dakika)	Yaşlandırma sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	Yaşlandırma süresi (saat)	Çapraz kırılma mukavemeti (kg/mm^2)	Yaşlandırma sonrası çapraz kırılma mukavemeti ortalaması (kg/mm^2)
1	Suni yaşlandırma (I)	500	30	160	15	7,83	7,89
2	Suni yaşlandırma (I)				25	7,98	
3	Suni yaşlandırma (II)	470	60	130	15	7,86	

4. SONUÇLAR

Yukarıdaki çalışmalar neticesinde elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir:

- * Yoğunluk değerleri dikkate alındığında en uygun üretim parametrelerinin 400 MPa presleme basıncı, 600°C sinterleme sıcaklığı ve 40 dakika sinterleme süresi olduğu söylenebilir. Presleme basıncının artışı ile yoğunluğun da arttığı tespit edilmiştir. Ancak 400 MPa basınçta bunun sabitleştiği tespit edilmiştir. Bu muhtemelen belli bir basınçtan sonra tozların geri yaylanmasından kaynaklanmaktadır.
- * Yaşlandırma öncesi sinterlenmiş numunelerde çapraz kırılma değeri $6,22 \text{ kg/mm}^2$ olurken bu değer yaşlandırma ısıl işlemi neticesinde $7,89 \text{ kg/mm}^2$ 'ye çıkmıştır. Bu sonuç, yaşlandırma işlemi ile yapıda çökeltilerin olduğunu göstermektedir.
- * Yaşlandırma sonrası en yüksek çapraz kırılma mukavemeti $7,89 \text{ kg/mm}^2$ olarak elde edilmiştir. Bu değer 500°C 'de 30 dakika çözelti oluşturma, suda soğutma ve akabinde 160°C 'de 25 saat yaşlandırma yapılmış numunede elde edilmiştir.
- * 160°C 'de suni yaşlandırma (I)'de yaşlandırma süresindeki artışla (15, 20 ve 25 saat) sertliğin de arttığı görülmüştür (63, 66 ve 67 HV). 130°C 'de suni yaşlandırma (II)'de başlangıçta yüksek sertlik ölçülmüştür. Yaşlandırma sürelerinin artışı ile (15, 25 ve 40 saat) sertlik azalmıştır (57,44 ve 42 HV). Bu düşüşe GP2 bölgelerinin çözünmesi ve θ' fazının irileşmesine bu da sertliğin düşmesine yol açtığı düşünülmektedir.
- * Optik mikroskopta çekilen fotoğraflardan yaşlandırma ısıl işleminin mikroyapı üzerinde çok fazla etkisi olmadığı görülmüştür. Ancak artan yaşlandırma süresinin tane boyutlarını bir miktar artırdığı söylenebilir.

5. KAYNAKLAR

1. Topbaş, M. A., “Endüstri malzemeleri”, *Yıldız Yayınları*, Cilt 1, İstanbul, 260-289 (1993).
2. Tekin. E., “Demir dışı metaller ve alaşımlarının uygulamalı metalografisi”, *SEGEM*, Yayın No: 101. II. Baskı, Ankara, 21-57 (1984).
3. Özdemir, A., “Toz metal bir çeliğin mekanik özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (1992).
4. TS 4231 Nisan , “Metalik tozlardan yapılmış dikdörtgen kesitli biriketlenen enine kırılma metodu ile yaş dayanımlarının tayini”, Birinci baskı, *Türk Standartları Enstitüsü*, Ankara, 1-5 (1984).
5. Housner. H.H., Kempton H.R., Johnson P.N., “Iron powder metallurgy”, *3. Metal Powder Industries Federation*, Princeton, New jersey, A.B.D., 43-52 (1984).
6. Weissbach F. W., “Malzeme bilgisi ve muayenesi”, *İstanbul Teknik Üniversitesi, Birsen Kitabevi*, Çeviri: S. Anık, İstanbul 192-195 (1977).
7. Eckart Granulers, Metal Powder Technology, katalogu, Germany, 2002.